FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE
CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

149. BAND
SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT
MIT 7 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J. F. BERGMANN · MÜNCHEN
1956

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.

Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Band 149 — **Inhaltsverzeichnis** — (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Verma, M. R., V. M. Bhuchar and **R. Dass,** A Modified Method for the Assay of Arsenical Insecticides. Part I. Paris Green. With 1 figure in the text . 401

Verma, M. R., V. M. Bhuchar and **R. Dass,** Analysis of Arsenical Insecticides. Part II. Iodimetric Determination of Copper, Arsenate and Arsenite . . 407

Svach, M., Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse. II. Photometrische Thoriumbestimmung. Mit 2 Textabbildungen 414

Svach, M., Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrische Analyse. III. Photometrische Kupferbestimmung. Mit 2 Textabbildungen 417

Wehber, P., Chelatometrie. VII. Das Problem der Pufferung. Die Verwendung von Hexamethylentetramin (Urotropin) und von Monochloressigsäure für komplexometrische Titration 419

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Division of Analytical Chemistry, National Physical Laboratory of India, New Delhi

A Modified Method for the Assay of Arsenical Insecticides Part I — Paris Green

By

M. R. VERMA, V. M. BHUCHAR and RAMJI DASS

With 1 figure in the text

(Eingegangen am 20. Oktober 1955)

Paris green, which is essentially copper aceto-arsenite, is used in a number of compositions for insect and pest control[9]. Apart from other physical properties like particle size etc., its various constituents e. g. copper oxide (CuO) and arsenious oxide (As_2O_3) are required to be determined for assay and evaluation, for which a large number of methods have been developed. A practical method due to PETERS and FIELDING[10] consists in separation of copper and arsenite from one another by precipitation of the former as the oxalate. Arsenic (ous) and copper are then determined from the two separated portions. The specification and the method have been accepted in the British practice[8]. In the American practice[2], the arsenious acid is estimated in the presence of copper directly by an iodimetric method.

It is evident that in either of these methods for the estimation of arsenious oxide, an error can be caused on account of the presence of copper. For example, in the British method the copper, if present in quantities less than 40—50 mg. in 50 ml. of the solution, cannot be adequately separated. In the A. O. A. C. method, a correction depending upon the amount of copper present has been suggested to be applied. Several alternative methods therefore, have been developed for the estimation of copper and arsenic when present together. In one of these, advantage is taken of the reducing property of arsenite ion in an alkaline medium. Copper is precipitated as cuprous oxide which may in turn be determined ceratometrically[7]. Arsenious oxide in Paris green may also be determined bromometrically[4]. Total arsenic (present as arsenious and arsenic oxide) may be determined by reducing the latter with hydrazine sulphate or cuprous chloride, distilling the total arsenic as arsenious chloride and estimating the same in the distillate iodimetrically[3].

As these methods are rather lengthy or require some correction factors, procedures have been developed for estimation of copper and arsenic from the same solution. KOLTHOFF and CREMER[5] developed an iodimetric method using potassium pyrophosphate as the complexing agent

which permits the determination of copper and arsenic separately by a judicious adjustment of the p_H and this method has been re-examined by Pochinok[11]. In previous publications from this laboratory an iodimetric method has been developed for the indivual estimation of trivalent arsenic, antimony[16], or vanadium[13, 14, 15] when present in a solution together with copper. In the present communication the same method has been extended for the analysis of many synthetic mixtures simulating Paris green. These were prepared by mixing sodium arsenite and copper acetate over a wide range of concentrations. Some modifications, refinement and economy of chemicals have also been effected in the present work. The results have been checked by the usual methods. Some samples of Paris green were also evaluated, and values for arsenic compared with those obtained by distillation methods.

Experimental

The following solutions were prepared:

Copper acetate: 18.2 gm of copper acetate were dissolved per litre and the solution standardised against sodium thiosulphate by the usual iodometric method.

Arsenious acid[6]: 4.95 gm of arsenious acid (AnalaR) were dissolved in water by addition of 10 gm of sodium bicarbonate. The volume was made to 1 litre.

Potassium dichromate solution: 0.1 N solution.

Iodine solution: 12.7 gm of Iodine (C.P.) were dissolved in a near saturated solution of 25 gm of potassium iodide and volume made to 1 litre. This was standardised against standard sodium thiosulphate solution.

Sodium thiosulphate solution: 24.8 gm of sodium thiosulphate (AnalaR) were dissolved in water and volume made to 1 litre. This was standardised against standard potassium dichromate solution.

Sulphuric acid: 6 N.

Acetic acid: (free from reducing substances) 6 N.

Potassium citrate: B.P. grade, free from alkalinity or reducing substances—330 gm/litre (Molar).

Hydrazine sulphate—Sodium bromide solution: 20 gm of hydrazine sulphate and 20 gm of sodium bromide were dissolved in one litre hydrochloric acid (1:4).

Potassium thiocyanate: Solid.

Starch: 1% solution in water (freshly prepared).

Sodium bicarbonate[1]: Solid (AnalaR). It should be free from carbonate.

Method

Known volumes of copper acetate and sodium arsenite solutions were mixed and to the mixture 10/20 ml of potassium citrate solution were added followed by sufficient solid sodium bicarbonate and titrated directly against a standard iodine solution. The titer gives the equivalent of arsenious acid.

To the mixture which had thus been titrated for arsenic, 6 N sulphuric acid was added till the effervescence ceased. More sulphuric acid was added till a violet tinge appeared in the solution. This was followed by 30 ml of 6 N acetic acid and the total volume made to 200 ml. 2—3 gm of solid potassium iodide were added. The iodine

liberated was titrated against standard sodium thiosulphate. Towards the end of the titration 4—5 gm of potassium thiocyanate were added and the titration completed. Volume of the thiosulphate solution used gives the measure of copper.

It was noted that the correct value for copper can be obtained if the p_H-value of the solution after the addition of the acids is kept at about 3/3.5. A correct indication

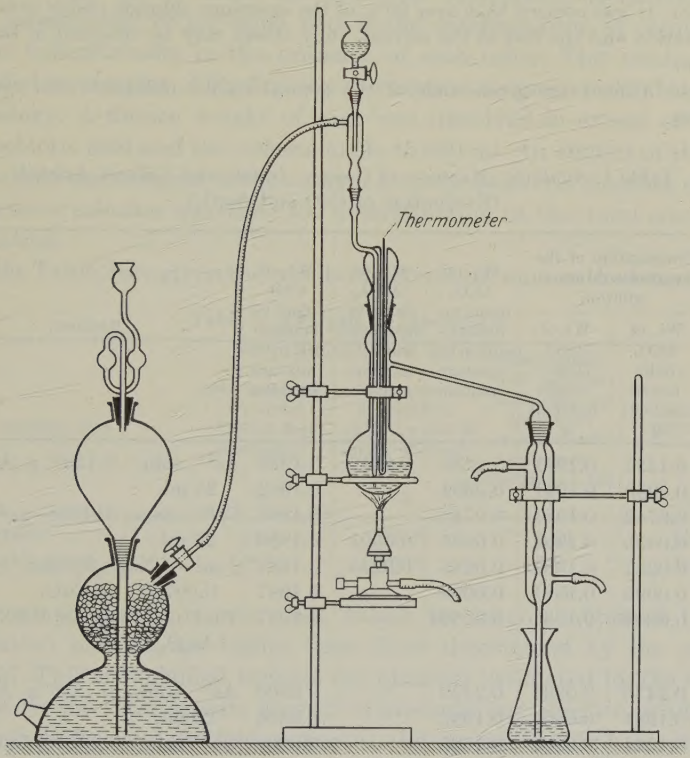

Fig. 1. Apparatus for the SCHERRER's distillation method of arsenious chloride

as to the quantity of the sulphuric acid required is given by the appearance of the violet colour. It was however observed that if the quantity of copper present in the aliquot is pretty large e. g. 80 mg of CuO, the appearance of violet colour is not easily noted. In such a case a few drops of methyl orange indicator are added followed by the addition of 6 N sulphuric acid till the colour of the solution just changes to red. Acetic acid is then added and the estimation of copper is completed.

Thus from the two respective titers, amounts of arsenious oxide and copper oxide in the mixture are calculated. From these, the results may be reported in terms of percentage by weight or volume by the use of appropriate factors.

Arsenious oxide content was further checked by SCHERRER's[12] distillation method. The assembly of the apparatus is also shown in the accompanying diagram (Fig. 1). An aliquot of the solution under examination was placed in the flask, 25 ml of sodium bromide-hydrazine sulphate solution added and the apparatus assembled. Concentrated hydrochloric acid was added through the funnel and a stream of carbon-

dioxide passed. The flask was heated and the rate of distillation was so adjusted as to collect about 3 ml of the distillate per minute. About 100 ml of distillate were collected, additional necessary quantities of HCl were added and two further fractions collected in the same manner. The distillates were cooled in ice, neutralised with caustic soda to alkalinity, then slightly acidified, and finally an excess of sodium bicarbonate added. The solution was titrated against iodine using starch as the indicator. It was noticed that over 90% of the arsenious chloride distils over in the first fraction and the rest in the second. Only traces may be obtained in the third fraction.

In the Table 1 are given some of the typical results obtained with synthetic mixtures.

Table 1. *Synthetic Mixtures of Copper Acetate and Sodium Arsenite* (Evaluation of CuO and As_2O_3)

S. No.	Composition of the synthetic mixture solution		Wt. of As_2O_3 found volumetrically in the mixture solution	Wt. of As_2O_3 found by distillation from the mixture solution	Wt. of CuO found volumetrically in the mixture solution	Remarks
	Wt. of As_2O_3 (Iodometric method) g	Wt. of CuO (Iodometric method) g	g	g	g	
1.	0.1237	0.1981	0.1238	0.1242	0.1982	As^{3+} soln.: 0.1237 g As_2O_3 in
2.	0.0990	0.1981	0.0992	—	0.1982	25 ml.
3.	0.0742	0.1981	0.0745	—	0.1985	Cu^{2+} soln.: 0.1981 g CuO in
4.	0.0495	0.1981	0.0495	0.0501	0.1985	25 ml.
5.	0.0247	0.1981	0.0248	0.0248	0.1987	1 ml. of $Na_2S_2O_3$ soln. $\simeq$
6.	0.0099	0.1981	0.0099	—	0.1987	0.00780 g of CuO.
7.	0.00495	0.1981	0.00504	—	0.1987	1 ml. of I_2 soln. $\simeq$ 0.00504 g of As_2O_3.
1.	0.2476	0.0804	0.2479	—	0.0806	As^{3+} soln.: 0.1238 g As_2O_3 in
2.	0.1981	0.0804	0.1982	—	0.0806	25 ml.
3.	0.1524	0.0804	0.1525	—	0.0808	Cu^{2+} soln.: 0.2012 g CuO in
4.	0.1269	0.0804	0.1273	0.1269	0.0800	25 ml.
5.	0.1016	0.0804	0.1019	—	0.0804	1 ml. of $Na_2S_2O_3$ soln. $\simeq$
6.	0.0762	0.0804	0.0766	—	0.0804	0.00808 g of CuO.
7.	0.0508	0.0804	0.0510	0.0509	0.0804	1 ml. of I_2 soln. $\simeq$ 0.00470 g of
8.	0.0254	0.0804	0.0256	0.0255	0.0801	As_2O_3.
9.	0.01016	0.0804	0.0103	0.01016	0.0801	
10.	0.0051	0.0804	0.00517	—	0.0804	
1.	0.0515	0.3652	0.0516	0.0514	0.3656	As^{3+} soln.: 0.1286 g As_2O_3 in
2.	0.0515	0.2922	0.0516	0.0516	0.2928	25 ml.
3.	0.0515	0.2192	0.0516	—	0.2199	Cu^{2+} soln.: 0.1826 g CuO in
4.	0.0515	0.1826	0.0516	0.0516	0.1831	25 ml.
5.	0.0515	0.1461	0.0516	—	0.1463	1 ml. of $Na_2S_2O_3$ soln. $\simeq$
6.	0.0515	0.1096	0.0517	—	0.1097	0.007674 g of CuO.
7.	0.0515	0.0730	0.0517	0.0515	0.0734	1 ml. of I_2 soln. $\simeq$ 0.00388 g
8.	0.0515	0.0365	0.0517	0.0515	0.0368	of As_2O_3.
9.	0.0515	0.0146	0.0519	0.0515	0.0149	

From the above results it is clear that copper (II) and Arsenic (III) when present together can be estimated accurately by the present method and that arsenious oxide content as determined by direct titration corresponds to that determined by distillation. It is therefore clear that the use of alkali citrate as the complexing agent and judicious adjustment of p_H-value permit the determination of copper and arsenic iodimetrically in the presence of each other. This method was extended to samples of Paris green and SCHEELE's green available in the laboratory. A known weight of each was dissolved in excess of strong hydrochloric acid and the volume made to 500 ml. An aliquot of this was neutralised and assayed in the manner described above. Another aliquot of the same solution was used for determination of the total arsenic by distillation.

In the Table 2 are given the results of determinations on these materials.

Table 2. *Analysis of Insecticides*

Material used	Arsenious oxide (by direct titration iodimetrically) %	Total arsenic as arsenious oxide (by distillation method) %	Arsenic oxide (diff. between As_2O_3 detd. by distillation method and iodimetric method) × 1.163 %	Copper oxide %
Paris green	54.4	56.07	1.94	30.6
SCHEELE's green . . .	25.5	36.95	13.3	50.7

On comparison it is seen that values for arsenic obtained by the distillation method are higher than those determined by the present method. This is explained because the quantity estimated by the former represents the total arsenic present as arsenate and arsenite, while that determined by our method indicates the arsenic present as arsenite only.

Conclusions

From the above results (Tables 1 and 2) the following conclusions may be drawn:

1. When copper and arsenic are present together in a synthetic mixture as cupric and arsenious salts, their estimation can easily be carried out iodimetrically using alkali citrate as the complexing agent. This method is applicable to a wide range of concentrations of the two constituents. In the present case the synthetic mixtures with molar ratios for As_2O_3 and CuO between the limits 1:25 to 5:1, have been investigated.

2. The results for arsenious oxide have further been confirmed by the distillation method.

3. At the levels of ratios between As_2O_3 and CuO met with in commercial arsenical compositions there is a general agreement for the values

of arsenious oxide determined by our iodimetric and the distillation methods. At too high concentrations of As_2O_3, however, its determination presents some difficulty by the distillation method. At lower concentrations of As_2O_3, the direct volumetric method gives slightly higher results. This may, however, arise on account of the presence of very small quantities of reducing substances in the alkali citrate or of the carbonate in the alkali bicarbonate. For very accurate work, a blank for iodine consumed by the reagents used, should be determined.

4. This method also gives values for the copper content, which are in agreement with the values determined on aliquots of solutions of copper alone. This method is certainly to be preferred to the longer methods requiring a separation by electrodeposition, or the method of PETERS and FIELDING which has been shown to be inapplicable below certain concentrations.

5. The iodimetric method discussed above is eminently suitable for analysis of substances containing Cu(ic) and As(ous) in the same solution; and has therefore been applied to samples of Paris Green and SCHEELE's Green available with us. Arsenic present as the arsenite can be determined by direct titration; the copper can later be determined iodometrically in the same solution. The distillation method will however give the total amount of arsenic.

Further work on the determination of arsenate, arsenite and copper, when present together by a direct volumetric method is reported in part II of this communication.

Our thanks are due to the Director, National Physical Laboratory of India, for his kind permission for the publication of the paper.

Summary

A direct iodometric method for the volumetric determination of Arsenic (ous) and Copper (ic) when present together has been described. Results obtained are comparable within experimental error. The method is quick and accurate and applicable for the assay of certain arsenical insecticides e. g. Paris Green and SCHEELE's Green.

References

[1] Anala R Standards for Laboratory Chemicals; B. D. H., pp. 224. London, 1949, — [2] Association of Official Agricultural Chemists, Official methods, p. 59, Art. 5. 28. Edited by Fisher, H. J., Washington DC, 1950. — [3] cf. ([2]) pp. 50, Art. 5. 3; pp. 52, Art. 5. 6. — [4] cf. ([2]) pp. 59; Art. 5.29. — [5] KOLTHOFF, I. M., and C. J. CREMER: Pharmac. Weekbl. 58, 1620 (1921). — [6] LUNGE, G., and C. A. KEANE: Tech. Methods of Chemical Analysis, Vol. I, pp. 72. Gurney & Jackson; London, 1924. — [7] MEHLIG, J. P., and T. P. MARSH: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. 11, 213 (1939). — [8] Ministry of Agriculture and Fisheries, Specification and method of analysis for certain insecticides and fungicides. Tech. Bull. No. 1, HMSO, London, 1949. — [9] DE ONG, E. R.: Chemistry and uses of Insecticides, New York: Reinhold 1948. — [10] PETERS,

C. A., and L. E. FIELDING: Ind. Engng. Chem. 8, 1114 (1916). — [11] POCHINOK, KR. N.: Zavodskaja Laborat. 7, 730 (1938), cf. C.A. 33, 86 (1939). — [12] SCHERRER, J.: J. Res. nat. Bur. Standards 16, 253 (1936). — [13] VERMA, M. R., and V. M. BHUCHAR: Anal. chim. Acta, under print. — [14] VERMA, M. R., and V. M. BHUCHAR: J. Sci. Indust. Res. 14B, 19 (1955). — [15] VERMA, M. R., V. M. BHUCHAR and Y. P. SINGH: J. Sci. Indust. Res. 12B, 227 (1953). — [16] VERMA, M. R., and Y. P. SINGH: J. Sci. Indust. Res. 13B, 709 (1954).

M. R. VERMA, Senior Scientific Officer, Division of Analytical Chemistry, National Physical Laboratory of India, Hillside Road, New Delhi 12

Division of Analytical Chemistry, National Physical Laboratory of India, New Delhi

Analysis of Arsenical Insecticides. Part II — Iodimetric Determination of Copper, Arsenate and Arsenite

By

M. R. VERMA, V. M. BHUCHAR and RAMJI DASS

(Eingegangen am 20. Oktober 1955)

In previous communications from this laboratory[11, 12] methods have been described for the determination of arsenite and copper when present together e. g. in Paris Green, or in synthetic mixtures of cupric salts and arsenites. We have observed earlier that in certain cases in addition to these constituents, arsenates[5] may also be present e. g. in copper hydroarsenate-arsenite, SCHEELE's Green or samples of copper arsenite, which may have undergone oxidation during storage.

Arsenate, when present alone, may be estimated gravimetrically as magnesium pyro-arsenate[7]. In the presence of ions which do not interfere in an iodimetric determination, arsenate may be reduced to the arsenite condition by potassium iodide at high acidity and the iodine so liberated estimated[13]. Arsenate may also be estimated by reducing this under pressure with sulphur dioxide, or sulphur-dioxide-generating substances[8] and the arsenite so produced then determined by reoxidation with iodine in neutral solution. Total arsenic in a solution may also be determined by reducing the arsenate with a solution of hydroxylamine hydrochloride, separating arsenic from the same by distillation as arsenious chloride[6] which is then determined iodimetrically.

Of the above described iodimetric methods, those based on the liberation of iodine *in situ* are not likely to succeed, if in addition to the arsenate etc. the solution contains copper or other interfering ions. The distillation method is usually laborious involving a large amount of chemicals and expenditure of considerable amount of time. Similarly the method involving heating with sulphur dioxide in pressure vessels

for effecting reduction of arsenate to arsenite is not without difficulty. In fact extended trials have indicated that use of sulphur dioxide or aqueous solutions of sulphur dioxide is not effective for complete reduction of As(V) and this may yield varying results.

A study has recently been made of the methods effecting a reduction of arsenate to arsenite by digestion with sulphur in presence of sulphuric acid[3]. Sulphur dioxide is generated by the inter-action of the two. On account of a continuous slow generation of the gas, this can form a very suitable and continuous source of sulphur dioxide effecting a smooth reduction of pentavalent arsenic or antimony to the trivalent state. The reduced arsenic (or antimony) may in turn be estimated by the usual iodimetric method. Copper, if present, may be suitably complexed and no interference may be expected.

A method has also been described for effecting the reduction of arsenate to arsenite by a mixture of red phosphorus and iodine[1]* and estimating the reduced arsenite by the usual iodimetric method. The reduction consists essentially of a cycle of reactions in which arsenate is reduced to arsenite and iodine is produced, and then iodide is regenerated from this iodine. This method has been successfully applied to the analysis of lead arsenate and like compositions[4].

A large number of ions are known to interfere in this method of estimation of arsenite, for they undergo simultaneous reduction. Copper, if present, is likely to form the phosphide[9], generating at the same time an acid lower than orthophosphoric acid. But in the light of the methods that have been developed in this laboratory for preventing the interference due to copper in several types of iodimetric determinations, further investigation was considered desirable.

It was therefore attempted to develop a method for the reduction of arsenate when accompanied by copper, to arsenite by (i) digestion with sulphur-sulphuric acid, (ii) phosphorus and iodine method. Arsenite thus produced can be estimated iodimetrically.

Experimental

The following chemicals and solutions were used:

Potassium arsenate: A 0.1 M solution was prepared by dissolving about 25 g of potassium arsenate (Thomas Tyrer & Co. Ltd., London) in water and making the solution to one litre.

Sodium arsenite: A 0.1 M solution was prepared by dissolving about 10 g of As_2O_3 in presence of sodium bicarbonate and diluting to 1 litre with water. This was standardised against the iodine solution.

* After this investigation had been completed, we came across a note by E. A. Johnson and E. J. Newman[2] describing the iodimetric determination of antimony by Fritz-Gibbon method.

Copper sulphate pentahydrate (*AnalaR*): 0.1 M solution.

Copper acetate (*AnalaR*): 18.5 g were dissolved to make 1 litre of 0.1 M solution.

Iodine solution: 25 g of KI were dissolved in the least amount of water, 12.7 g of iodine (C.P.) were added and thoroughly mixed. The solution was made to 1 litre with water. This was standardised against the sodium thiosulphate solution.

Sodium thiosulphate solution: 24.8 g of sodium thiosulphate (AnalaR) were dissolved in water and the volume made to 1 litre. The solution was standardised against the potassium dichromate solution.

Potassium dichromate: 0.1 N solution.

Acetic acid: (free from reducing substances) 6 N.

Potassium citrate B.P.: free from alkalinity or reducing substances (300 g dissolved in a litre of water).

Hydrazine sulphate—Sodium bromide solution[6]: 20 g of hydrazine sulphate and 20 g of sodium bromide were dissolved in a litre of dilute hydrochloric acid (1:4).

Silver nitrate B.P.

Potassium thiocyanate: (Riedel-de Haën's).

Starch: 1% solution in water (freshly prepared).

Phosphorus: Red phosphorus dried on filter paper.

Sodium hydrogen carbonate: Solid (AnalaR), free from carbonate.

Potassium iodide: (E. Merck's).

Methyl orange indicator: 0.1% solution in water.

Estimation of Arsenates

Percentage of As_2O_5 in a sample of Potassium arsenate was determined by the more usual methods e. g. gravimetrically, as the magnesium pyroarsenate[7], and volumetrically by determination of silver combining with arsenate[10]. The results were compared with those obtained by the determination of arsenate volumetrically after reduction of arsenate to arsenite and determining the same by titration against the standard iodine solution.

The reduction was effected (a) with the hydrazine sulphate solution, and the arsenious chloride separated by distillation[6], (b) by digestion with sulphur in the presence of sulphuric acid[3], (c) by heating with iodine and red phosphorus, and subsequent filtering off the phosphorus[1, 2]. The per cent of arsenious oxide was determined in each case by the usual iodimetric method and converted into As_2O_5 by the appropriate factor. These values are given below in the Table 1.

Table 1. *Determination of % As_2O_5 in Potassium Arsenate*

Method	As_2O_5 (%)
a) Gravimetrically from $Mg_2As_2O_7$ . .	63.83; 63.93
b) Volumetrically from Ag_3AsO_4. . .	63.82; 63.50; 63.55; 63.75
c) By Distillation method	63.65; 63.80
d) By Sulphur reduction method . .	63.33; 63.40; 63.39
e) By Phosphorus-iodine method . .	63.40; 63.60

Estimation of Arsenate in Presence of Copper

Known volumes of potassium arsenate and copper sulphate solutions were mixed and reduction of arsenate to arsenite effected by two methods, viz. (i) sulphur method, and (ii) red phosphorus-iodine method. In the case of the former no difficulty was experienced in effecting the reduction of arsenate to arsenite by digestion with sulphur and sulphuric acid. After reduction, the solution was diluted with water, neutralised with sodium bicarbonate and an excess of potassium citrate added so as to complex the copper ions and arsenite determined by the usual iodimetric titration.

For the latter method it has been observed that if the iodine and red phosphorus be added to the solution containing copper and arsenate, a dark coloured copper phosphide precipitates out and an indefinite amount of reduction of arsenate takes place. The following improved procedure was therefore adopted.

To an aliquot of the mixture solution containing copper and arsenate, a small quantity of free sulphuric acid was added followed by a solution of potassium iodide. The copper was reduced and precipitated out as cuprous iodide, and an equivalent amount of iodine was liberated. A known excess of standard arsenite solution was added followed by neutralisation of any free acid with sodium bicarbonate. The solution was filtered through a sintered glass funnel (No. 4) or alternatively Whatman's filter paper No. 42 and the total arsenate in the filtrate was determined by reducing the same with red phophorus-iodine, filtering, determining the produced arsenite by the usual iodimetric titration. From this determination, the arsenite equivalent of the solution added to take up the iodine liberated by reduction of the copper was deducted. The balance of arsenite is the equivalent of the arsenate present.

The following point may be noted in the above procedure:

The reduction of copper with potassium iodide to cuprous iodide has been completed by the addition of sodium arsenite in a medium containing sodium bicarbonate. The same effect might have been achieved by the addition of SO_2, H_2S, sulphite or thiosulphate etc. in acidic or neutral medium, but they were not employed as the presence of indefinite excess of these would cause interference and their removal would be difficult. Sodium arsenite, on the other hand, can be added in definite quantities and amounts reacting or left over can be fully accounted for.

The percentage of arsenic oxide in the given sample of potassium arsenate when determined in the presence of copper sulphate solution by a) sulphur method, and b) red phosphorus—iodine as modified above, comes out to be respectively 63.19 and 63.02. These figures are sufficiently close to the determinations reported in Table 1 (p. 409).

The observations indicate that determinations of copper, arsenite and arsenate when present together, can be carried out accurately. The various steps of the procedure would be as follows:

Dissolve a known weight of the material in water, adding if necessary a small quantity of dilute sulphuric or hydrochloric acid and make to a definite volume.

1. Take an aliquot, just neutralise with solid sodium hydrogen carbonate. Add 25 ml. of molar potassium citrate, and then a further quantity of sodium hydrogen carbonate. Titrate against standard iodine solution. The titre (a) is the equivalent of the arsenite content.

2. Neutralise the above solution with sulphuric acid (6 N) and add more of it dropwise till a violet tinge appears[11]. Add 30 ml. of acetic acid (6 N) and solid potassium iodide. Titrate the liberated iodine against standard sodium thiosulphate adding 4—5 g of potassium thiocyanate near the end point. The titre is equivalent of the copper present.

3. To another aliquot add potassium iodide. If the arsenite present is not sufficient to take up iodine liberated by copper, add a known volume of standard arsenite solution followed by excess of sodium hydrogencarbonate. Filter off the precipitated cuprous iodide. To the filtrate add 2—5 ml. of conc. H_2SO_4 in excess of that required for neutralisation of sodium bicarbonate and 0.1—0.2 g of red phosphorus and boil. When the reduction is complete, which may be judged by disappearance of the iodine colour, filter, wash and estimate the total arsenite in the mixture by the usual method of titration against standard iodine solution in the presence of an excess of sodium bicarbonate.

If (b) ml. is the volume of iodine equivalent of arsenite added for absorbing iodine liberated by copper, and (c) ml. is the total titre of the filtrate, then, the volume of iodine equivalent of the arsenite obtained by the reduction of the arsenate shall be

$$c - (a + b) \text{ ml.}$$

From the above figures, the amount of As_2O_5 may be calculated by the relation

$$As_2O_5 = As_2O_3 \times 1.163.$$

In the above determinations, following points should be taken note of.

1. For every 6 mg of copper in the test solution, add one ml. of 10% potassium iodide solution and an additional 5 ml. to completely precipitate cuprous iodide.

2. 0.1—0.2 g phosphorus is sufficient to complete the reduction.

3. Sintered glass funnel No. 4 should be used for filtering out the precipitated cuprous iodide, and sintered glass funnel No. 2 be used for removing red phosphorus after completion of the reduction.

4. When hydrochloric acid is used in making the solution, or chloride ions are present the solution should not be boiled but heated on a water bath.

For the determination of arsenate by the sulphur reduction method: to an aliquot of the solution about 0.5 g of flowers of sulphur and 10 ml. of sulphuric acid are added, the mixture is heated slowly on a sand bath and finally fumed, till all the sulphur gets digested. Total arsenite is determined iodimetrically after complexing copper with potassium citrate.

If (d) ml. be the titre of iodine used for total arsenite, the volume for arsenite equivalent of the arsenate originally present shall be:

$$(d - a) \text{ ml.}$$

As_2O_5 is determined by the usual factor from the above value.

The result may further be checked by SCHERRER's distillation method. It has been pointed out before that though this method would separate total arsenic as

$AsCl_3$ free from any interfering ion like copper, it entails consumption of huge quantities of chemicals e. g. hydrochloric acid, caustic soda, etc. and requires considerable amount of time.

The validity of these methods was checked by the analysis of synthetic mixtures.

These were prepared by mixing known quantities of solutions of copper acetate, sodium arsenite and potassium arsenate. Each of the mixture solutions was made to 500 ml. The three constituents viz. CuO, As_2O_3, and As_2O_5 were determined by the above methods.

Table 2. *Determination of Copper, Arsenite and Arsenate in Synthetic Mixture Solutions*

Composition of the mixture solution (total volume made 500 ml.)			Volume of the solution taken for the determination: 25 ml.						
Volume of $Cu\,Ac_2$ soln. ml.	Volume of Na_3AsO_3 soln. ml.	Volume of K_3AsO_4 soln. ml.	As_2O_3 found g.	CuO found g.	As_2O_5 present* g.	As_2O_5 found by sulphur reduction method g.	Error %	As_2O_5 found by phosphorus-iodine reduction method g.	Error %
100	100	100	0.0538	0.0385	0.0583	0.0579	—0.7	0.0584	0.2
100	100	75	0.0538	0.0385	0.0437	0.0436	—0.2	0.0438	0.2
100	100	50	0.0537	0.0385	0.0290	0.0289	—0.3	0.0291	0.3
100	100	25	0.0538	0.0385	0.0146	0.0144	—1.3	0.0148	1.3
100	75	100	0.0404	0.0386	0.0583	0.0586	0.5	0.0582	—0.2
100	50	100	0.0267	0.0386	0.0583	0.0586	0.5	0.0584	0.2
100	25	100	0.0134	0.0385	0.0583	0.0584	0.2	0.0584	0.2
75	100	100	0.0501	0.0293	0.0583	0.0586	0.5	0.0581	—0.3
50	100	100	0.0501	0.0193	0.0583	0.0586	0.5	0.0582	—0.2
25	100	100	0.0501	0.00979	0.0583	0.0587	0.7	0.0582	—0.2
200	150	50	0.0807	0.07703	0.0292	0.0292	0.0	0.0292	0.0
200	50	50	0.0269	0.07703	0.0292	0.0295	1.0	0.0294	0.6
350	50	50	0.0269	0.1340	0.0292	0.0295	1.0	0.0293	0.3

* These quantities are based on the determination of As_2O_5 of potassium arsenate by the magnesium pyroarsenate method.

In Table 2 the arsenate content of the mixture solution has been shown as As_2O_5 and the values have been compared with those calculated from gravimetric determination of the original solution of potassium arsenate. The values obtained for As_2O_3 and CuO have also been given, but no check values for these have been tabulated, as the accuracy of the method for their determination has been established in the Part I of this communication.

5 g of the insecticide were taken and dissolved by heating with a few ml. of sulphuric acid. After dissolution the volume was made to 500 ml. and an aliquot viz. 25 ml. taken for analysis by the above methods. The total arsenic content was also determined by the usual distillation method for comparative study. The results are tabulated in Table 3.

Table 3. *Assay of Insecticides*

Material used	Arsenite as As_2O_3	Copper as CuO	Arsenate as As_2O_5		
			By sulphur reduction method	By phosphorus-iodine reduction method	By SCHEERER's distillation method
	%	%	%	%	%
Paris Green	56.1	31.05	0.96	0.96	0.92
SCHEELE's Green	23.9	50.56	8.97	9.16	9.16

Discussion of Results

From the above it may be concluded that copper, arsenite, and arsenate ions when present together can be easily determined volumetrically. In the analysis of arsenical insecticide these are reported as CuO, As_2O_3 and As_2O_5 respectively.

The determination of arsenite and copper can be easily carried out by the method described in the Part I of this communication. For the determination of arsenate, two methods involving reduction of arsenate to arsenite have been developed. The merits and demerits of these methods are given below:

i) The sulphur method requires fuming with sulphuric acid for effecting a reduction of arsenate, and for a successful determination sulphur should be completely removed but there is no interference due to copper present in the final mixture, as the latter can be easily complexed with alkali citrate.

ii) The phosphorus-iodine method requires prior removal of copper. The method does not involve any fuming or long distillation, but requires two filtrations. The reduction itself takes only two or three minutes. The determination can be completed in about half an hour and consumes least amount of chemicals.

iii) Either of these methods compare well in accuracy to the more laborious distillation method.

It is concluded that these methods may be easily adopted in works-practice or general laboratory analysis in preference to the distillation without any sacrifice of accuracy.

Our thanks are due to the Director, National Physical Laboratory of India, for his kind permission to publish.

Summary

Two alternative methods for the estimation of arsenate in presence of arsenite and copper have been developed and are described. These consist of (i) reduction of arsenate to arsenite by fuming with sulphur and sulphuric acid, and estimation of total arsenite after complexing copper with citrate; (ii) removal of copper as cuprous iodide, reduction of arsenate to arsenite by red phosphorus-iodine and estimation of the total arsenite.

Both the methods give excellent results and are suitable for the analysis of arsenical insecticides.

References

[1] Gibbon, M. F.: Analyst, **58**, 469 (1933) cf. Z. analyt. Chem. **99**, 54 (1934). — [2] Johnson, E. A., and P. J. Newman: Analyst **80**, 631 (1955). — [3] Konopik, N., and J. Zwiauer: Mh. Chem. **83**, 1493 (1952), cf. Z. analyt. Chem. **143**, 56 (1954). — [4] Ministry of Agriculture, Tech. Bull. No. 1, Specification and methods of analysis of certain insecticides, HMSO, London, 1949. — [5] de Ong, E. R.: Chemistry and uses of Insecticides, 2nd Ed. p. 277. Rheinhold Publishing Corporation, New York. 1948. — [6] Scherrer, J. A.: J. Res. nat. Bur. Standards **21**, 95 (1938); cf. Z. analyt. Chem. **118**, 353 (1939/40). — [7] Scott, W. W.: Standard methods of Chemical Analysis, 5th Ed. p. 96. D. Van Nostrand Company, Inc., New York, 1948. — [8] Ref. 7; p. 1040; and also Stief, F. A.: Ind. Engng. Chem. **7**, 211 (1915). — [9] Ref. 7 p. 968. — [10] Ref. 7 p. 100. — [11] Verma, M. R., V. M. Bhuchar, and Ramji Dass: Z. analyt. Chem. **149**, 401 (1956). — [12] Verma, M. R., and Y. P. Singh: J. Sci. Indust. Res. **13B**, 709 (1954). — [13] Vogel, A. I.: Quantitative Inorganic Analysis, 2nd Edition, p. 351. Longmans, Green & Co., London, 1951.

M. R. Verma, Senior Scientific Officer, Division of Analytical Chemistry, National Physical Laboratory of India, Hillside Road, New Delhi 12

Aus dem Institut für analytische Chemie der Montanhochschule, Ostrau

Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse

II. Photometrische Thoriumbestimmung

Von

Milos Svach

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 27. Oktober 1955)

Thorium wird meist gravimetrisch durch Wägung als ThO_2 bestimmt. Photometrische Methoden für Thorium sind in der Literatur selten beschrieben. Rieder u. Mellon[1] haben eine Methode ausgearbeitet, welche auf der Fällung von Thorium mit einer Standardlösung von Oxalsäure und der darauffolgenden Reaktion des Oxalsäureüberschusses mit einer Standardlösung von Kaliumpermanganat beruht. Thomson, Perry u. Byerly[4] gründen die colorimetrische Thoriumbestimmung auf die Reaktion mit 1-(o-Arsenophenylazo)-2-naphtol-3,6-disulfonsäure.

Brenzcatechinsulfophthalein bildet mit Thorium in saurer Lösung einen rot gefärbten Komplex, der nach Suk, Malát u. Ryba[2] bei der komplexometrischen Titration des Thoriums als Indicator dienen kann.

Nach meinen Versuchen kann Thorium auf Grund der Komplexbildung mit Brenzcatechinsulfophthalein auch photometrisch bestimmt werden.

Versuchsteil

Reagentien. Die benutzten Reagentien der Firma Lachema, Brünn, waren von analytischer Reinheit.

Die Thoriumnitratlösung enthielt 100 μg Th/ml; der Thoriumgehalt wurde gravimetrisch bestimmt. Die Reagenslösung war eine 0,1%ige wäßrige Lösung von Brenzcatechinsulfophthalein. Pufferlösung p_H 3,8: 9 ml 0,2 n Essigsäure + 1 ml 0,2 n Natriumacetatlösung.

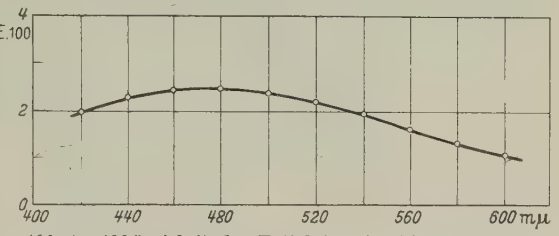

Abb. 1. Abhängigkeit der Extinktion des Thoriumkomplexes mit Brenzcatechinviolett von der Wellenlänge

Apparatur. Die Extinktionskurven wurden mit dem Spektralphotometer Coleman Junior aufgenommen. Zu den weiteren Messungen diente das Chirana-Photometer unter Verwendung von Grünfilter VG-9.

Versuchsergebnisse

Die Intensität der Rotfärbung, die Thorium in saurer Lösung mit Brenzcatechinsulfophthalein gibt, ist der Thoriumkonzentration proportional. Die Aufnahme der Extinktionskurve erfolgte unter nachstehenden Bedingungen.

Die Lösung von 100 μg Thorium als Nitrat wurde in einem 25 ml-Meßkolben bei dem p_H-Wert 3,8 mit einem Tropfen der Reagenslösung versetzt und mit Wasser zur Marke aufgefüllt.

Das Absorptionsmaximum des roten Thoriumkomplexes liegt, wie Abb. 1 zeigt, bei der Wellenlänge 480 mμ. Zu den Messungen mit dem Filterphotometer wurde daher das Grünfilter VG-9 benutzt.

Ähnlich wie der Wismutkomplex[3] entwickelt sich auch der rote Thoriumkomplex in etwa 20 min zu seiner größten Farbintensität; diese bleibt dann 24 Std praktisch unverändert. Die Ergebnisse der Zeitversuche zeigt Tab. 1.

Tabelle 1. *Die Abhängigkeit der Extinktion von der Zeit*
Meßbedingungen wie bei der Abb. 1

min	E. 100	min	E. 100	min	E. 100
5	1,20	25	1,35	45	1,35
10	1,25	30	1,35	50	1,35
15	1,30	35	1,35	55	1,35
20	1,35	40	1,35	60	1,35

Die passende Zeit zur Messung bei der Thoriumbestimmung ist also 20 min nach der Reagenszugabe.

Gültigkeit des Lambert-Beerschen Gesetzes

Steigende Mengen der Thoriumnitratlösung wurden in einem 25 ml-Meßkolben mit der 0,1%igen Lösung des Brenzcatechinsulfophthaleins bei p_H 3,8 versetzt und mit destilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Auf je 100 μg des Thoriums kommt 1 ml Pufferlösung und 1 Tropfen der Reagenslösung.

Tabelle 2. *Eichkurve des Thoriums mit Brenzcatechinsulfophthalein*

μg Th	E. 100	μg Th	E. 100	μg Th	E. 100
100	1,1	300	2,8	500	4,4
200	2,0	400	3,6	600	5,3

Tab. 2 und Abb. 2 zeigen, daß die Farbintensität des Thoriumkomplexes von der Thoriumkonzentration linear abhängig ist. Das Lambert-Beersche Gesetz wird also in dem Konzentrationsbereich von 100 μg bis 600 μg Th/25 ml streng befolgt.

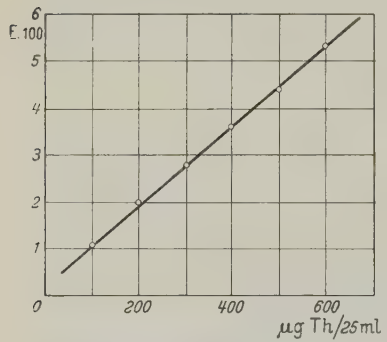

Abb. 2. Eichkurve für die Thoriumbestimmung mit Brenzcatechinviolett

Einfluß von Fremdelementen

In der sauren Lösung um p_H 3,8 ist die Bestimmungsmethode für Thorium weitgehend spezifisch[3]. Störungen verursachen nur Eisen(III) und Wismut, welche mit dem Reagens einen roten bzw. einen blauen Komplex geben. Ohne Einfluß sind: Blei, Kupfer, Cadmium, Silber, Kobalt, Nickel, Mangan, Zink, Aluminium, Natrium, Kalium, Ammonium. Komplexbildende Anionen wie z. B. Tartrat stören.

Für die p_H-Abhängigkeit der Farbreaktion gilt das bei Wismut[3] gesagte.

Zusammenfassung

Die photometrische Thoriumbestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein in saurer Lösung ist einfach durchzuführen; die Reaktion ist sehr empfindlich und für Thorium weitgehend spezifisch.

Literatur

[1] Rider, B. F., u. M. G. Mellon: Anal chim. Acta **2**, 370 (1948); vgl. diese Z. **132**, 125 (1951). — [2] Suk, V., M. Malát u. O. Ryba: Chem. Listy **48**, 533 (1954); vgl. diese Z. **145**, 215 (1955). — [3] Svach, M.: diese Z. **149**, 325 (1956). — [4] Thomason, P. F., M. A. Perry u. W. M. Byerly: Analyt. Chemistry **21**, 1239 (1949); vgl. diese Z. **132**, 124 (1951).

Miloš Svach, Ostrau V, Dolní 2 (Tschechoslowakei)

Aus dem Institut für analytische Chemie der Montanhochschule, Ostrau

Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse

III. Photometrische Kupferbestimmung

Von

MILOŠ SVACH

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 21. November 1955)

Brenzcatechinsulfophthalein bildet mit Kupfer in neutraler Lösung einen blauen Komplex, welcher dunkler ist als der Kupfertetraminkomplex. Brenzcatechinsulfophthalein wurde als Indicator bei der chelatometrischen Titration des Kupfers benutzt[1].

Versuchsteil

Reagentien. Die benutzten Reagentien waren von höchster analytischer Reinheit (pro analysi).

Die Kupferlösung mit 0,1 mg Cu/ml wurde durch Auflösung von Kupfer in Salpetersäure hergestellt. Der Kupfergehalt wurde elektrolytisch (gravimetrisch) kontrolliert.

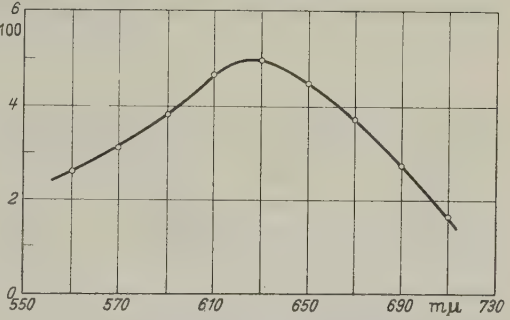

Abb. 1. Extinktionskurve des Kupferkomplexes mit Brenzcatechinsulfophthalein

Brenzcatechinsulfophthalein wurde als 0,1% wäßrige Lösung benutzt.

Apparatur. Zur Aufnahme der Extinktionskurve des blauen Kupferkomplexes mit dem Indicator diente das Spektrophotometer Coleman Junior. Die anderen Messungen wurden mit dem Chirana-Photometer durchgeführt.

Versuchsergebnisse

Zur Aufnahme der Extinktionskurve wurde 0,1 mg Kupfer als Nitrat in einem 25 ml-Meßkolben mit einem Tropfen des Indicators versetzt und mit destilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 aufgeführt und in Abb. 1 graphisch dargestellt.

Tabelle 1

Wellenlänge mμ	E. 100	Wellenlänge mμ	E. 100	Wellenlänge mμ	E. 100
550	13	610	23	670	18
570	15	630	25	690	13
590	19,5	650	22	710	8,5

Das Absorptionsmaximum des Kupferkomplexes liegt demnach bei 630 mμ, die weiteren Messungen wurden also mit dem Gelbfilter GG-11 durchgeführt.

Wie Tab. 2 zeigt, wird die blaue Färbung des Kupferkomplexes allmählich dunkler und erreicht nach $\frac{1}{4}$ Std die größte Intensität. Dann bleibt die Extinktion mehr als 24 Std praktisch unverändert.

Tabelle 2. *Abhängigkeit der Extinktion von der Zeit*
Meßbedingungen wie bei Tab. 1 mit dem Unterschied, daß die Messung mit dem Chirana-Photometer unter Verwendung von Gelbfilter GG-11 erfolgte

Minuten	E. 100	Minuten	E. 100	Minuten	E. 100	Minuten	E. 100
5	0,4	20	0,6	35	0,6	50	0,6
10	0,48	25	0,6	40	0,6	55	0,6
15	0,56	30	0,6	45	0,6	60	0,6

Gültigkeit des Lambert-Beerschen Gesetzes

Zur Aufstellung der Eichkurve wurden steigende Mengen der Kupfernitratlösung in einem 25 ml-Meßkolben mit dem Indicator versetzt und zur Marke mit destilliertem Wasser aufgefüllt. Auf je 0,1 mg Kupfer kommt ein Tropfen des Indicators.

Tabelle 3. *Eichkurve für die Kupferbestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein*

Kupfer mg/25 ml	E. 100	Kupfer mg/25 ml	E. 100	Kupfer mg/25 ml	E. 100
0,1	0,6	0,3	2,3	0,5	4,1
0,2	1,3	0,4	3,2	0,6	5,1

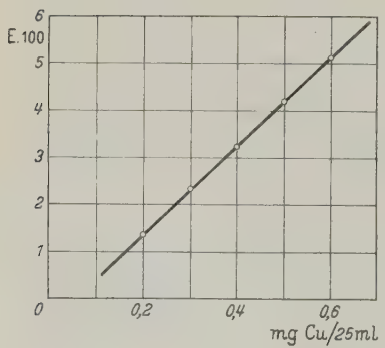

Abb. 2
Eichkurve für die Kupferbestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein

Die erhaltenen Extinktionswerte sind in Tab. 3 zusammengestellt und in Abb. 2 eingezeichnet.

Die Eichkurve zeigt, daß das Lambert-Beersche Gesetz im Konzentrationsbereich von 0,1 mg bis 0,6 mg Kupfer in 25 ml Lösung erfüllt ist.

Störelemente

Die photometrische Kupferbestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein ist nicht selektiv. Die Bestimmung wird durch eine ganze Reihe von Fremdelementen gestört, darunter durch Blei, Silber, Quecksilber, Wismut, Zinn, Antimon, Nickel, Zink, Chrom, Eisen, Magnesium, Calcium, Strontium, Barium. Das Bestimmungsverfahren kommt also praktisch nur für reine Kupferlösungen in Betracht.

Zusammenfassung

Kupfer kann in neutraler Lösung mit Brenzcatechinviolett photometrisch bestimmt werden. Da das Verfahren aber im Gegensatz zur Bi- und Th-Bestimmung durch eine ganze Reihe von anderen Kationen gestört wird, dürfte es nur in Ausnahmefällen zur Anwendung kommen.

Literatur

[1] Suk, V., M. Malát u. A. Jeníčková: Chem. Listy **48**, 1511 (1954); vgl. diese Z. **147**, 70 (1955).

M. Svach, Ostrau V, Dolní 2 (Tschechoslowakei)

Aus dem Laboratorium der Metallhütte Mark A.G., Hamburg-Wilhelmsburg

Chelatometrie. VII.* Das Problem der Pufferung. Die Verwendung von Hexamethylentetramin (Urotropin) und von Monochloressigsäure für komplexometrische Titrationen

Von

Peter Wehber

(Eingegangen am 5. Dezember 1955)

In der Chelatometrie, das heißt bei Titrationen mit Hilfe von Chelatbildnern, die eine große Anzahl von Koordinationsgruppen besitzen, erstrebt man die Bildung möglichst stabiler 1:1-Metallchelate, da dann der bei Titrationsende auftretende p_M ($= -\log[Me^{x+}]$)-Sprung groß ist. Bei der Maßanalyse mit Äthylendiamintetraessigsäure (EDTA) oder mit Nitrilotriessigsäure (NTA) hängt der erzielbare p_M-Sprung im wesentlichen vom Logarithmus der scheinbaren Stabilitätskonstanten für die entsprechenden Chelate, log K', ab. Bei großen log K'-Werten ist der p_M-Sprung ebenfalls groß. Wegen der aciditätsbedingten Dissoziation (Ib und IIb) der Metallchelate,

$$\text{z. B. } Me^{x+} + H_2Y^{2-} \underset{b}{\overset{a}{\rightleftarrows}} (MeY)^{x-4} + 2\,H^+ \qquad \text{(I)}$$

$$\text{und } Me^{x+} + HX^{2-} \underset{b}{\overset{a}{\rightleftarrows}} (MeX)^{x-3} + H^+ \qquad \text{(II)},$$

(Y^{4-} = Anion von EDTA, X^{3-} = Anion von NTA),

wird log K' mit sinkendem p_H-Wert kleiner. Für eine Abschätzung zu erwartender Stabilitätsverhältnisse der Komplexe mag bei vergleichbaren Konzentrationen der Partner folgendes gelten: Ist das an EDTA oder

* Mitteilung VI dieser Reihe: diese Z. **149**, 244 (1956).

NTA gebundene Metall-Ion an sich befähigt, auch noch mit anderen Lösungsgenossen einen Niederschlag oder einen weiteren Komplex zu bilden, so kann der Betrag von log K' des EDTA- oder NTA-Metallchelates um den log K'-Wert verringert werden, der für die Reaktion des Metall-Ions mit diesen Lösungspartnern maßgebend ist. Eine Schwächung des EDTA- oder NTA-Metallchelates tritt aber auch dann ein, wenn ein weiteres Kation, welches daneben in größerer Konzentration vorliegt, mit einer dieser beiden Aminopolycarbonsäuren ebenfalls Chelate zu bilden vermag. So zerfällt z. B. das sonst gegen Natriumhydroxyd beständige und recht stabile Kupfer(II)-EDTA-Chelat nach Zusatz einer zu EDTA äquivalenten Menge Calcium-Ionen. Die Calcium-Ionen wirken, wie Pfeiffer u. Schmitz[10] feststellten, auf die Bindung des zentralen, komplex gebundenen Kupferatoms auflockernd ein. Calcium-Ionen streben also hier ebenfalls, wenn auch in weit geringerem Maße, nach der Koordination mit EDTA und konkurrieren dadurch mit dem Kupfer. Dieser Einfluß höherer Fremdsalzkonzentrationen ist in der Chelatometrie sehr zu beachten.

Wenn man von den eben genannten Möglichkeiten bei der Maskierung von EDTA- oder NTA-Chelaten nicht Gebrauch macht, wird man danach trachten, eine Schwächung der Chelate zu vermeiden. Dieses gilt vor allem für die oft nur lockeren Indicatorchelate, bei denen ein log K'-Wert von etwa 5* nicht unterschritten werden sollte. In einer Lösung, die von Lösungsgenossen, die die Stabilität der Metallchelate beeinflussen, frei ist, kann man aber mit dem p_H-Wert maximal bis zu einer Acidität heruntergehen, bei der das Chelat für volumetrische Zwecke noch eben hinreichend fest genug ist, log $K' = 7$*. Dadurch ergibt sich gleichzeitig der Vorteil einer Selektivierung, da die Metallchelate mit einem log $K' < 3$* soweit dissoziert sind, daß sie kaum noch stören. In einigen Fällen gelingt es sogar, Metallsalzlösungen, die keine auf Chelate

* Dieses kann und soll nur eine grobe Abschätzung sein, da die Bildungsgeschwindigkeiten der Metallchelate ebenfalls eine große Rolle spielen können, wodurch andere momentane Stabilitätsverhältnisse vorgetäuscht werden. Durch Komplexgleichgewichte, die sich nur äußerst langsam einstellen, erreicht man eine scheinbare Stabilitätsvergrößerung der Chelate. Bei kleiner Bildungsgeschwindigkeit wird auch umgekehrt die Dissoziationsgeschwindigkeit gering sein. Der so bei den Chelaten erzielbare scheinbare Stabilitätsgewinn läßt sich für neue chemische Analysenmethoden ausnutzen. So kann man nach Přibil[11] eine träger reagierende Aminopolycarbonsäure anwenden, wie z. B. die 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure. Oder man nutzt die Erscheinung aus, daß manche Metall-Ionen nur langsam in die EDTA-Chelate eingebaut werden. Dies gilt z. B. für die 3wertigen Metall-Ionen Chrom, Aluminium und Eisen, die nach Schwarzenbach u. Biedermann[16] zusammen mit den zusätzlichen Koordinationspartnern H_2O bzw. OH in die EDTA-Chelate eintreten. Nickel-Ionen lassen sich sogar, wie Flaschka u. Püschel[7] zeigen konnten, nach dem „Einfrieren" im EDTA-Chelat noch bei p_H 2 indirekt bestimmen.

schwächend einwirkenden Ionen enthalten, mit NTA-Lösung direkt gegen Metallindicatoren zu titrieren, obwohl die Koordinationstendenz von NTA erheblich geringer als die von EDTA ist.

Da man die visuelle Indication des p_M-Sprunges meist nur in einem kleinen p_H-Intervall vornehmen kann, müssen die bei der Chelatbildung freiwerdenden Wasserstoffionen (exakt: Hydroxoniumionen), (siehe Reaktionen Ia und IIa), abgefangen werden, damit sich die einmal eingestellte Acidität nicht mehr wesentlich ändert. Die Lösung ist also hinreichend zu puffern. Die bisher der Chelatometrie zur Verfügung stehenden Puffer, wie z. B. Essigsäure-Natriumacetat, Salzsäure-Triäthanolamin und Ammoniak-Ammoniumchlorid, sind aber für viele Metall-Ionen ebenfalls Komplexbildner von nicht zu unterschätzender Stärke. Aus den soeben diskutierten Gründen kommt der Einführung solcher Puffer in die Chelatometrie, die keine oder möglichst nur schwache Komplexe bilden, eine erhebliche Bedeutung zu, da anzunehmen ist, daß sich dann das Gebiet der chelatometrischen Möglichkeiten werde erweitern lassen. In dieser Arbeit wird versucht, hierfür mit einigen Beispielen neue Ansatzpunkte zu geben und damit der Lösung eines Problems näher zu kommen, das bereits von Schwarzenbach[14] in seinem ganzen Umfange in seiner Monographie über „Die komplexometrische Titration" aufgezeigt worden ist. Diesem Buche entstammen auch die hier benutzten Werte für die scheinbaren Stabilitätskonstanten der EDTA- und NTA-Chelate. Weitere Gleichgewichtskonstanten sind nach Charlot u. Gauguin[3] angegeben.

I. Der Monochloressigsäure-Puffer

Titration von Eisen(III)-chlorid mit 0,1 m Nitrilotriessigsäure (NTA)-lösung gegen Chromazurol S bei p_H *2*

Vor kurzem beschrieben Musil u. Theis[9] die Bestimmung von Eisen(III)-Ionen mit 0,05 m EDTA-Lösung gegen Chromazurol S als Indicator. Dabei wird in einem Monochloressigsäure-Natriumacetat-Puffer bei p_H 2—3 gearbeitet. Puffert man aber nur mit Monochloressigsäure ab, vermeidet also den Natriumacetatzusatz und damit die Bildung von Acetatokomplexen des dreiwertigen Eisens, so gelingt es, diese Titration bei scharfen Indicatorumschlägen mit der wesentlich schwächeren NTA (0,1 m) bei $p_H \sim 2$ durchzuführen. Der $\log K'$-Wert des Eisen(III)-NTA-Chelates läßt sich für p_H 2 mit ungefähr 8 veranschlagen. Damit befindet man sich also etwa an der Grenze des Möglichen. Kupfer(II)-Ionen sollten diese Titration noch beeinflussen, da der $\log K'$-Wert des Kupfer(II)-NTA-Komplexes für p_H 2 bei 5 liegen dürfte. Experimentell wird diese Vermutung bestätigt. Man erhält Überbefunde an Eisen. Weitere Störungsmöglichkeiten wurden nicht untersucht.

Experimentelles

Reagentien

1. 0,1 m Nitrilotriessigsäurelösung wird aus 19,1146 g NTA und 8 g Natriumhydroxyd in wenig destilliertem Wasser hergestellt. Die auf Zimmertemperatur abgekühlte Lösung füllt man mit Wasser zu 1 Liter auf. Sie enthält das Dinatriumsalz der NTA, Na_2HX.

Die 0,1 m NTA-Lösung wurde gegen 0,1 m Kupfer(II)-chloridlösung, aus Kupfer(II)-oxyd bereitet, nach den weiter unten mitgeteilten Methoden II, 3 und II, 4 unter Verwendung von 25 ml-Büretten mit 0,05 ml-Teilung eingestellt.

2. 0,1 m Eisen(III)-chloridlösung wird aus 7,985 g bei 110° C getrocknetem Eisen(III)-oxyd nach Brandt in wenig heißer Salzsäure (1:1) bereitet. Man kocht auf ein Drittel des anfänglichen Volumens ein und setzt zur Lösung soviel Natronlauge zu, daß ein Niederschlag eben vermieden wird. Die abgekühlte Lösung wird mit Wasser auf 1 Liter gebracht. Der p_H-Wert unserer Lösung war 1,5.

3. Monochloressigsäure, DAB 6.

4. Chromazurol S (Eriochromazurol S), 0,5%ig in Wasser gelöst.

Arbeitsweise

Die schwach saure Eisen(III)-chloridlösung, $p_H \sim 2$, wird mit ungefähr 0,7 g Monochloressigsäure abgepuffert. Man gibt soviel Indicator zu, daß sich die Lösung deutlich blau färbt, erhitzt auf 50—60° C und titriert mit 0,1 m NTA-Lösung bis zum Umschlag auf Goldorange.

Beleganalysen

Einige Beleganalysen bringt Tab. 1.

Tabelle 1

mg Fe			mg Fe		
gegeben	gefunden	Differenz	gegeben	gefunden	Differenz
3,9	3,9	0,0	11,2	11,2	0,0
5,6	5,6	0,0	16,7	16,8	+ 0,1
11,2	11,2	0,0	27,9	28,0	+ 0,1

II. Der Hexamethylentetramin(Urotropin)-Puffer

1. Titration von Kupfer(II)-chlorid mit 0,1 m Äthylendiamintetraessigsäure (EDTA)-lösung gegen Murexid bei p_H 5—6

Der Kupfer(II)-Murexidindicatorkomplex, dessen log K'-Werte für p_H 5—6 nach Schwarzenbach 5,0—6,4 und nach Ringbom u. Mitarb.[12] 4,8 betragen, wird leider im Natriumacetatpuffer durch Bildung von Acetato-Komplexen des zweiwertigen Kupfers so stark geschwächt, daß er bei der Titration von Kupfer(II)-Ionen mit EDTA nicht mehr zur visuellen Endpunktsanzeige benutzt werden kann.

Wenn mit dem nicht komplexbildenden Natriumhydrogencarbonat auf p_H 5,5 gepuffert wurde, war bisher nach Ringbom u. Vänninen[13] nur die umgekehrte Titration von EDTA mit 0,1 m Kupfer(II)-sulfatmaßlösung gegen Murexid möglich.

Dadurch vermied man das Ausfallen eines Niederschlages während der Titration. Der Äquivalenzpunkt muß durch laufende Registrierung der Extinktionsänderung photoelektrisch ermittelt werden.

Da die log K'-Werte des Kupfer(II)-EDTA-Chelates im selben p_H-Bereich etwa 12,3—13,9 betragen, sollte es in einem gegenüber Kupfer-(II)-Ionen weitestgehend inerten Puffer durchaus möglich sein, Titrationen mit Hilfe des Murexids durchzuführen. Das gelingt, wenn Natriumacetat durch das Hexamethylentetramin (Urotropin) ersetzt wird. Nach CHARLOT[2], der diesen Puffer einführte, erhält man mit 400 g Hexamethylentetramin, 100 ml konz. Salzsäure und 1000 ml Wasser einen p_H-Wert von 5,4. Mit Urotropin und Salzsäure läßt sich aber auch jeweils der für die Kupferbestimmung erforderliche Säuregrad von p_H 5—6 bequem durch Tüpfeln gegen p_H-Papier einstellen. Da die Gefahr besteht, daß in einer 0,01 m Kupfer(II)-salzlösung ab p_H 5 Kupfer(II)-hydroxyd ausfallen kann, wird man eine solche Lösung nicht mit festem Urotropin, das örtlich einen höheren p_H-Wert erzeugt, abpuffern, sondern man läßt umgekehrt die Kupfer(II)-salzlösung in den vorher auf p_H 5,5—6,0 eingestellten Salzsäure-Hexamethylentetraminpuffer einfließen. Die Verwendung dieses Puffers ermöglicht es somit, bei der Titration mit 0,1 m EDTA-Lösung die von SCHWARZENBACH[15] diskutierten Schwierigkeiten, die bei der Kupferbestimmung in ammoniakalischer Lösung mit Murexid auftreten können, zu umgehen. Außerdem kann die Titration in Gegenwart geringer Konzentrationen an Erdalkalien durchgeführt werden, die ja im alkalischen Gebiet stören. Der Indicatorumschlag des Murexids ist bei p_H 5,5 noch sehr gut, wenn auch nicht ganz so abrupt, wie bei p_H 9. Für Mikrotitration mit 0,01 m EDTA-Lösung ist der Indicatorumschlag nicht mehr brauchbar.

Experimentelles

Reagentien

1. Ungefähr 0,1 m Äthylendiamintetraessigsäurelösung: 29,225 g Trilon BS werden mit 8 g Natriumhydroxyd und wenig Wasser heiß gelöst. Die nach dem Abkühlen mit Amberlite-Wasser zu 1 Liter aufgefüllte Lösung wird in eine Polyäthylenflasche filtriert.

2. 0,1 m Kupfer(II)-chloridlösung: Nach dem Glühen bei 800° C werden 7,954 g Kupfer(II)-oxyd in wenig heißer konz. Salzsäure gelöst. Nach dem Abkühlen wird das Volumen mit Amberlite-Wasser auf 1 Liter gebracht.

Zur Einstellung der 0,1 m EDTA-Lösung gegen die 0,1 m Kupfer(II)-chloridlösung verfuhr man nach WEHBER[21]. Dabei wurde das Ammoniumrhodanid der Kupfer(II)-chloridlösung erst kurz vor Titrationsende zugesetzt, um die Bildung von Kupfer(I)-rhodanid zu vermeiden. Verwendet wurden 25 ml-Büretten mit 0,05 ml-Teilung.

3. Amberlite-Wasser: Destilliertes Wasser wird einige Minuten mit dem „Mischbett"-Ionenaustauscherharz MB 3 (Rohm & Haas, USA) geschüttelt. Dann filtriert man.

4. 2 n Salzsäure.

5. Hexamethylentetramin (Urotropin), DAB 6, Riedel-de Haën A.G. Dieses Reagens erwies sich als so rein, daß es nicht erforderlich war, von dem bei der gleichen Firma erhältlichen p. a.-Produkt auszugehen.

6. Murexid, in fester Form, gemischt mit Natriumchlorid im Verhältnis 1:100.

Arbeitsweise

Zu 100 ml destilliertem Wasser werden 2 g Hexamethylentetramin und soviel 2 n Salzsäure gegeben, daß der gegen Indicatorpapier ermittelte p_H-Wert 5,5—6,0 beträgt. Man setzt soviel Murexid zu, daß die Lösung deutlich violett wird und läßt anschließend die zu bestimmende schwach saure Kupfer(II)-chloridlösung zufließen. Dabei schlägt der Indicator nach Orangegelb um. Dann titriert man bei Zimmertemperatur mit der 0,1 m EDTA-Lösung bis zum Farbwechsel nach Violett, der auf etwa 2 Tropfen Maßlösung erfolgt. Der Indicatorumschlag ist reversibel. Die genaue Einhaltung des Arbeitsbereiches von p_H 5—6 ist nicht kritisch, doch werden bei p_H 5,5—6,0 die schärfsten Farbumschläge erhalten. Es mag überraschen, daß selbst bei p_H 3,5—4,0 noch Indicatorumschläge zu beobachten sind.

Beleganalysen

Über die Ergebnisse einiger Kupferbestimmungen gibt Tab. 2 Auskunft.

Tabelle 2

mg Cu			mg Cu		
gegeben	gefunden	Differenz	gegeben	gefunden	Differenz
1,3	1,3	0,0	10,8	10,8	0,0
3,2	3,2	0,0	13,3	13,3	0,0
5,1	5,1	0,0	16,5	16,5	0,0
6,4	6,4	0,0	19,1	19,1	0,0
8,3	8,2	— 0,1	21,6	21,5	— 0,1

Die inverse Titration, also die Bestimmung von EDTA mit Kupfer(II)-salzmaßlösung, ist unter analogen Arbeitsbedingungen ebenfalls gut möglich.

Murexid hält wegen seines krassen Farbwechsels von Gelb nach Violett jeden Vergleich mit anderen Metallindicatoren, die für Kupferbestimmungen in acetatgepufferter Lösung vorgeschlagen wurden, stand. Dies gilt sowohl für das Brenzcatechinviolett[17], als auch für das Chromazurol S[18]. Das 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol[4] stand zu Vergleichszwecken nicht zur Verfügung.

Störungen

Geringe Erdalkalikonzentrationen sind ohne Einfluß. In Gegenwart zweiwertiger Mangan-Ionen erhält man beträchtliche Überbefunde an Kupfer. Fügt man aber Ammoniumfluorid zur Lösung, so entstehen recht stabile Fluorokomplexe, die Mangan(II)-Ionen gegenüber der EDTA tarnen. In diesem Falle erwärmt man die Lösung zur Titration auf 45° C. Nahe dem Endpunkt ist tropfenweise zu titrieren. Der Farbumschlag des Murexids ist scharf. Einige Ergebnisse von Bestimmungen,

die neben Fremdmetallen ausgeführt wurden, sind aus Tab. 3 zu ersehen. Das Titrationsvolumen betrug, wie auch in den weiter unten untersuchten Fällen, ungefähr 100 ml.

Tabelle 3

mg Cu			Fremdmetall in mg	Maskierung durch	Indicator-umschlag
gegeben	gefunden	Differenz			
12,7	12,8	+ 0,1	Ca^{2+}, 18,3	—	scharf
12,7	12,6	— 0,1	Mg^{2+}, 49	—	scharf
12,7	15,2	+ 2,5	Mn^{2+}, 37	—	—
12,7	13,0	+ 0,3	Mn^{2+}, 37	~ 1,2 g NH_4F	scharf bei 45° C
12,7	12,6	— 0,1	Mn^{2+}, 37	~ 1,2 g NH_4F	scharf bei 45° C

2. Titration von Kupfer(II)-chlorid mit 0,1 m Nitrilotriessigsäure (NTA)-lösung gegen Murexid bei p_H *5—6*

Da sich die log K'-Werte des Kupfer(II)-NTA-Chelates für p_H 5—6 mit etwa 8,2—9,2 von denen des Kupfer(II)-Murexidkomplexes hinreichend unterscheiden (siehe II, 1), vermag auch noch NTA dem Indicatorkomplex die Kupfer(II)-Ionen zu entziehen. Man erhält also selbst bei der Verwendung von 0,1 m NTA-Lösung einen scharfen Farbwechsel. Oberhalb p_H 6 ist aus der Lage der log K'-Werte für Kupfer(II)-NTA und Kupfer(II)-Murexid zu ersehen, daß die Titrationsverhältnisse ungünstiger werden. Der optimale Arbeitsbereich liegt wiederum zwischen p_H 5—6, wobei die schärfsten Farbumschläge des Murexids bei p_H 5,5 bis 6,0 zu erreichen sind. Der Indicator arbeitet auch hier reversibel.

Experimentelles

Reagentien

Es wurden die unter I, 1 und II, 1 angegebenen Reagentien benutzt. Die Einstellung der 0,1 m NTA-Lösung erfolgt nach den II, 3 und II, 4 beschriebenen Arbeitsmethoden.

Arbeitsweise

Die Titration erfolgt mit 0,1 m NTA-Lösung analog der Arbeitsvorschrift II, 1. Bei der Bestimmung größerer Kupfer(II)-Ionenkonzentrationen muß man der

Tabelle 4

mg Cu			mg Cu		
gegeben	gefunden	Differenz	gegeben	gefunden	Differenz
3,2	3,2	0,0	19,1	19,0	— 0,1
6,4	6,5	+ 0,1	25,4	25,6	+ 0,2
8,9	8,9	0,0	31,8	31,6	— 0,2
12,7	12,7	0,0	41,3	41,3	0,0
12,7	12,7	0,0	50,8	50,6	— 0,2

Lösung etwas mehr Murexid zufügen. Dabei erfolgt der sonst übliche Farbumschlag von Gelb zu Violett wegen der intensiven Blaufärbung des Kupfer(II)-NTA-Chelates nun von Grün nach Violettblau. Der Farbwechsel bleibt selbst bei p_H 4,5 brauchbar, bei p_H 4 noch erkennbar. Der Bestimmungbereich erstreckt sich bis zu 50 mg Kupfer im 100 ml Volumen. Man kann also fast doppelt so viel Kupfer erfassen, als es bisher mit der EDTA und anderen Metallindicatoren möglich war.

Beleganalysen

Tab. 4, S. 425, zeigt die Titrationsergebnisse.

Störungen

Über einige Titrationen, die in Gegenwart von Fremd-Ionen durchgeführt wurden, unterrichtet Tab. 5. In Gegenwart der Niederschläge CaF_2, $Na_3(FeF_6)$ und $PbSO_4$ erhält man Unterbefunde an Kupfer. Diese werden, wie der Verf. zeigen konnte[21], beim CaF_2 durch Adsorption verursacht.

Tabelle 5

mg Cu			Fremdmetall in mg	Maskierung durch	Indicator-umschlag
gegeben	gefunden	Differenz			
12,7	12,7	0,0	Mg^{2+}, 49	—	scharf
12,7	12,7	0,0	Ca^{2+}, 18,3	—	scharf
12,7	12,7	0,0	Ca^{2+}, 55	—	unscharf
12,7	7,7	— 5,0	Ca^{2+}, 183	~ 3 g NH_4F	unscharf
12,7	12,7	0,0	Mn^{2+}, 37	—	scharf
12,7	11,6—12,6	—1,1 bis —0,1	Fe^{3+}, 56	~ 1,2 g NH_4F u. ~ 1,8 g NaCl	unscharf
12,7	12,1	— 0,6	Pb^{2+}, 125	$(NH_4)_2SO_4$	scharf

3. Titration von Kupfer(II)-chlorid mit 0,1 m Nitrilotriessigsäure (NTA)-lösung gegen Chromazurol S bei p_H 5,5—6,0

Kupfer(II)-chlorid läßt sich nach Theis[18] in natriumacetatgepufferter Lösung bei p_H 6,0—6,5 mit 0,05 m EDTA-Lösung gegen Chromazurol S als Indicator „recht scharf" titrieren. Als Vorzug dieser Methode wird herausgestellt, daß sie durch Erdalkalien nicht beeinflußt wird. Bei Nacharbeitung dieser Titration, bei der eine 0,1 m EDTA-Lösung verwendet wurde, erhielt man die Ergebnisse der Tab. 6.

Entgegen den Angaben von Theis[18] stören also die Ionen der Erdalkalien. Da Chromazurol S nach Theis[19] z. B. auch mit Magnesium bei p_H 8—10 noch einen Farblack bildet, kommt es hier in acetatgepufferter Lösung offensichtlich zu einer solchen Schwächung des Chromazurol S-Kupfer(II)-Farblackes durch die Erdalkalien, daß man durch einen zu frühen Indicatorumschlag, der überdies noch unscharf ist, erhebliche Unterbefunde an Kupfer erhält. Dies gilt auch für größere Natrium-, Kalium- und Ammonium-Ionenkonzentrationen.

Tabelle 6

mg Cu			neben	Maskierung durch
gegeben	gefunden	Differenz		
12,7	14,7	+ 2,0	36 mg Mn^{2+}	—
12,7	12,6	— 0,1	36 mg Mn^{2+}	NaF
12,7	9,1	— 3,6	36 mg Mn^{2+}	~ 0,5 g NH_4F
12,7	11,1	— 1,6	36 mg Mn^{2+}	NaF u. NH_4Cl
12,7	9,4	— 3,3	~ 1,4 g NH_4Cl	—
12,7	9,8	— 2,9	~ 2 g $(NH_4)_2SO_4$	—
12,7	10,6	— 2,1	~ 2 g KCl	—
12,7	11,3	— 1,4	~ 1 g KCl	—
12,7	11,4	— 1,3	~ 1,8 g NaCl	—
12,7	11,6	— 1,1	~ 0,5 g NaCl	—
12,7	10,9	— 1,8	20 mg Mg^{2+}	—
12,7	11,0	— 1,7	20 mg Mg^{2+}	—
12,7	11,6	— 1,1	26 mg Ca^{2+}	—

Ersetzt man nun den Natriumacetat- durch den Hexamethylentetramin-Puffer, so ist es unter Vermeidung der eben aufgezeigten Störungen sogar möglich, mit der schwächeren NTA-Lösung zu titrieren und gleichzeitig den p_H-Wert auf 5,5—6,0 abzusenken. In diesem p_H-Bereich erfolgt der wiederum reversible Indicatorumschlag mit 0,1 m NTA-Lösung sehr scharf, und zwar auf 1 Tropfen der Maßlösung. Unterhalb p_H 5,5 wird der Farbumschlag unschärfer. So benötigt man bei p_H 5 etwa 2 Tropfen 0,1 m NTA-Lösung, um einen Farbwechsel von Hellblau nach Hellgrün zu bewirken.

Experimentelles

Reagentien

Siehe I, 1 und II, 1. Die 0,1 m NTA-Lösung wurde nach der Arbeitsweise II, 2 und der folgenden Methode II, 4 eingestellt.

Arbeitsweise

Zu 100 ml destilliertem Wasser werden 2 g Hexamethylentetramin und soviel 2 n Salzsäure gegeben, daß ein p_H-Wert von ~ 6 erreicht wird. Dann färbt man die Lösung mit Chromazurol S deutlich gelb und fügt die zu bestimmende, schwach saure Kupfer(II)-chloridlösung zu. Dabei schlägt der Indicator nach Blau um. Bei Raumtemperatur wird mit 0,1 m NTA-Lösung bis zum Farbwechsel von Hellblau nach Hellgrün titriert. p_H 5,5 soll dabei nicht unterschritten werden.

Beleganalysen

Beleganalysen finden sich in Tab. 7 (S. 428).

Störungen

Ergebnisse von einigen Bestimmungen, die in Anwesenheit von Fremd-Ionen erzielt wurden, zeigt Tab. 8 (S. 428).

Tabelle 7

mg Cu			mg Cu		
gegeben	gefunden	Differenz	gegeben	gefunden	Differenz
3,5	3,6	+ 0,1	26,4	26,2	— 0,2
6,7	6,7	0,0	31,8	31,8	0,0
12,7	12,7	0,0	45,7	45,7	0,0
15,9	15,8	— 0,1	56,8	56,9	+ 0,1
19,7	19,6	— 0,1	63,5	63,5	0,0

Tabelle 8

mg Cu			Fremdmetall in mg	Maskierung durch	Indicator-umschlag
gegeben	gefunden	Differenz			
12,7	12,6	— 0,1	NH_4^+, 340	—	scharf
12,7	12,7	0,0	Mg^{2+}, 49	—	scharf
12,7	12,6	— 0,1	Ca^{2+}, 37	—	scharf
12,7	12,7	0,0	Mn^{2+}, 73	—	scharf
12,7	12,9	+ 0,2	Pb^{2+}, 310	$(NH_4)_2SO_4$	unscharf, nicht brauchbar
12,7	~ 23	~ +10,3	Fe^{3+}, 56	~ 1,2 g NH_4F	keim Umschlag
12,7	12,4	— 0,3	Fe^{3+}, 56	~ 1,2 g NH_4F u. ~ 1,8 g NaCl	unscharf

Bemerkenswert ist, daß hier das Maskieren der Eisen(III)-Ionen mit Ammoniumfluorid nur bei gleichzeitiger Anwesenheit von Natriumchlorid wirkungsvoll ist. Dabei fällt das fein kristallisierte und schwer lösliche Natriumsalz von Hexafluoferrat(III) aus.

4. Titration von Kupfer(II)-chlorid mit 0,1 m Nitrilotriessigsäure (NTA)-lösung gegen Variaminblau B-Base als Redoxindicator bei p_H 5,0—5,5

Über die visuelle Indication bei der Verwendung des Kupfer(II)/Kupfer(I)-Redoxsystems in der Chelatometrie wurde vom Verf. schon berichtet[8, 20, 21]. Das Potential des Kupfer(II)/Kupfer(I)-Redoxsystems wird in Gegenwart von viel Chlorid-, Bromid- oder Rhodanid-Ionen in steigendem Maße erhöht, da diese Anionen mit Kupfer(I)-Ionen schwer lösliche Niederschläge bzw. wenig dissoziierte Komplexe bilden. Bindet man nun die Kupfer(II)-Ionen in acetatgepufferter Lösung bei p_H 5,5 mit EDTA, so entsteht bei Titrationsende ein dem p_M-Sprung proportionaler Potentialsprung. Dieser kann mit dem von Erdey u. Bodor[5] eingeführten Redoxindicator Variaminblau B-Base angezeigt werden, wobei sich die bei Indicatorzusatz gebildeten Kupfer(I)-Ionen wieder oxydieren, und zwar unter gleichzeitiger Reduktion der oxydierten Blaubase. In

Gegenwart von Rhodanid fällt nun das durch den Indicator angezeigte Titrationsende praktisch mit dem Äquivalenzpunkt der Reaktion zusammen. Verwendet man aber Chlorid- oder Bromid-Ionen als Zusatz, so liegt das Kupfer(II)-chlorid oder -bromid-Redoxsystem wegen der geringeren Potentialerhöhung näher über dem Potential der Variaminblau B-Base, als es beim Kupfer(II)-rhodanid der Fall ist. Aus diesem Grunde wird das Titrationsende schon vor dem Äquivalenzpunkt erreicht und man erhält geringe Unterbefunde an Kupfer. Zu der bisherigen Betrachtung sei noch ergänzend bemerkt, daß die durch die wenig dissoziierten einwertigen Kupferverbindungen bewirkten Potentialerhöhungen des Kupfer(II)/Kupfer(I)-Redoxsystems durch Bildung von Acetatokomplexen des zweiwertigen Kupfers verkleinert werden.

Titriert man nun Kupfer(II)-Ionen bei p_H 5,5 mit NTA, so erhält man wegen der geringeren Komplexstabilität des Kupfer(II)-NTA-Chelates auch nur einen kleineren p_M-Sprung und somit ebenfalls einen schwächeren Potentialsprung. Diese Potentialabsenkung ist bei der Titration von Kupfer(II)-rhodanid im Natriumacetatpuffer so gering, daß das Potential der Variaminblau B-Base nicht unterschritten wird. Der Indicator wird also überhaupt nicht reduziert. Hier wäre ein Indicator angebracht, der ein noch höheres Redoxpotential als das der Variaminblau B-Base besitzt. Theoretisch günstiger erschien aber für Titrationen mit NTA das Chlorid- oder Bromid-Redoxsystem des Kupfers zu sein, vor allem, wenn im Hexamethylentetraminpuffer gearbeitet wird. Denn es war zu hoffen, daß der kleine, durch NTA bewirkte Potentialsprung ausreicht, um das dicht oberhalb des Potentials der Variaminblau B-Base liegende Redoxpotential des Kupfer(II)/Kupfer(I)-chlorid-Systems soweit absinken zu lassen, daß der Indicator noch reduziert wird. Diese Vermutung bestätigte das Experiment. Dabei zeigte sich, daß selbst schon in Gegenwart von Bromid Titrationen mit NTA weniger gut geeignet sind.

Experimentelles

Reagentien

Variaminblau B-Base, 4-Amino-4′-methoxy-diphenylamin, technisches Produkt, in fester Form, im Verhältnis 1:100 mit Natriumchlorid verrieben[6]. Andere Reagentien siehe I, 1 und II, 1. Die 0,1 m NTA-Lösung wurde nach den Arbeitsmethoden II, 2 und II, 3 eingestellt.

Arbeitsweise

Zu 100 ml destilliertem Wasser werden 2 g Hexamethylentetramin und soviel 2 n Salzsäure gegeben, daß ein p_H-Wert von 5,5 erreicht wird. Dann setzt man 2 g Natriumchlorid, 50—70 mg Indicatormischung sowie die zu bestimmende schwach saure Kupfer(II)-chloridlösung zu. Dabei wird der Indicator durch Oxydation violett. Nun titriert man bei Zimmertemperatur mit 0,1 m NTA-Lösung bis zum Farbwechsel von Dunkelviolett nach Hellblau. Der Indicatorumschlag ist rever-

sibel. Am Günstigsten wird bei p_H 5,5 gearbeitet. — Bemerkung: Es ist besonders darauf zu achten, daß der Redoxindicator *vor* dem Zusatz von Kupfer(II)-salzlösung zugegeben wird!

Beleganalysen

Tab. 9 enthält die Titrationsergebnisse.

Tabelle 9

mg Cu			mg Cu		
gegeben	gefunden	Differenz	gegeben	gefunden	Differenz
3,8	3,9	+ 0,1	20,3	20,4	+ 0,1
5,1	5,0	— 0,1	26,0	26,0	0,0
6,4	6,4	0,0	42,8	42,8	0,0
10,3	10,1	— 0,2	63,5	63,5	0,0
12,7	12,6	— 0,1	63,5	63,5	0,0
17,2	17,1	— 0,1			

Störungen

Bei Betrachtung der für p_H 5,5 gültigen log K'-Werte der NTA-Chelate von $Ba^{2+} \sim 0{,}5$, $Sr^{2+} \sim 0{,}7$, $Mg^{2+} \sim 1{,}1$, $Ca^{2+} \sim 2{,}1$, $Mn^{2+} \sim 3{,}1$, $Cd^{2+} \sim 5{,}5$, $Zn^{2+} \sim 6{,}4$, $Pb^{2+} \sim 7{,}1$ und $Fe^{3+} \sim 11{,}6$ wird nach dem eingangs gesagten verständlich, daß die Kupferbestimmung mit NTA in Gegenwart der Erdalkalien und nicht zu hoher Mangankonzentrationen möglich ist. Der log K'-Wert des Kupfer(II)-NTA-Chelates beträgt etwa 8,7. Höhere Mangan(II)-Ionenkonzentrationen lassen sich mit Ammoniumfluorid maskieren (siehe auch II, 1). In diesem Falle ist der Endpunkt in tropfenweiser Titration zu erreichen. Der Farbumschlag ist scharf. Blei stört nicht, wenn man es als Sulfat (log $K = 7{,}7$) ausfällt. Mit Ammoniumfluorid lassen sich auch die Ionen des dreiwertigen Eisens sowie des Aluminiums ($Na_3(AlF_6)\downarrow$, log $K \sim 27$) maskieren. Der Einfluß des Cadmiums macht sich trotz Bildung von Chlorokomplexen (z. B.: $CdCl^+$, log $K \sim 2$) schon durch kleinere Überbefunde an Kupfer geltend. Zink stört, das gleiche gilt natürlich auch für das Blei-Ion, wenn es nicht als Sulfat gefällt wird. — Von Anionen ist Nitrat ohne Einfluß, während Acetat stört. — Weitere Angaben entnehme man der Tab. 10.

Aus den Ergebnissen dieser Tabelle wird ersichtlich, daß die Kupferbestimmung auch in Gegenwart sehr großer Erdalkalimengen möglich ist, und daß auch höhere Mangan(II)-Ionenkonzentrationen nach der Maskierung mit Ammoniumfluorid nicht stören. Die Titration ist aber deshalb besonders interessant, weil hier erstmalig die direkte chelatometrische Kupferbestimmung in Gegenwart von Blei gelingt. Der Farbumschlag der Variaminblau B-Base bleibt auch in Gegenwart des durch hohe Blei-Ionenkonzentrationen erzeugten weißen Niederschlages von Bleisulfat gut sichtbar.

Tabelle 10

mg Cu			Fremdmetall in mg	Maskierung durch	Indicator umschlag
gegeben	gefunden	Differenz			
25,4	26,2	+ 0,8	Mn^{2+}, 730	—	unscharf
25,4	25,6	+ 0,2	Mn^{2+}, 365	—	unscharf
25,4	25,7	+ 0,3	Mn^{2+}, 182	—	unscharf
12,7	13,1	+ 0,4	Mn^{2+} ,182	—	unscharf
12,7	12,8	+ 0,1	Mn^{2+}, 110	—	unscharf
12,7	12,7	0,0	Mn^{2+}, 182	$\sim$ 1,2 g NH_4F	scharf
12,7	12,7	0,0	Mn^{2+}, 182	$\sim$ 1,2 g NH_4F	scharf
12,7	12,8	+ 0,1	Mg^{2+}, 980	—	scharf
12,7	13,2	+ 0,5	Ca^{2+}, 1860	—	unscharf
12,7	12,7	0,0	Ca^{2+}, 370	—	scharf
12,7	12,9	+ 0,2	Pb^{2+}, 1250	$\sim$ 6 g $(NH_4)_2SO_4$	scharf
12,7	12,6	— 0,1	Fe^{3+}, 28	$\sim$ 1,2 g NH_4F	scharf
12,7	12,8	+ 0,1	Fe^{3+}, 140	$\sim$ 1,2 g NH_4F	scharf
12,7	12,7	0,0	Al^{3+}, 20	$\sim$ 1,2 g NH_4F	scharf
12,7	13,3	+ 0,6	Cd^{2+}, 184	—	unscharf
12,7	13,1	+ 0,4	Cd^{2+}, 184	—	unscharf

Zusammenfassung

Durch Verwendung des Hexamethylentetramin (Urotropin)- und des Monochloressigsäurepuffers werden neue chelatometrische Methoden ermöglicht. So kann bei der Titration mit 0,1 m Äthylendiamintetraessigsäure (EDTA) der Kupfer(II)-Murexid-Komplex noch bei p_H 5—6 der visuellen Indication dienen. Der in der Maßanalyse kaum benutzten Nitrilotriessigsäure(NTA) werden neue Anwendungsmöglichkeiten erschlossen. Mit ihr lassen sich Eisen(III)-Ionen noch bei $p_H \sim 2$ gegen Chromazurol S bestimmen. Kupfer(II)-Ionen können im p_H-Bereich von 5—6 mit 0,1 m NTA-Lösung gegen die Metallindicatoren Murexid oder Chromazurol S titriert werden. Benutzt man den Redoxindicator Variaminblau B-Base, so läßt sich Kupfer in direkter Titration neben Blei sowie auch neben Mangan, Eisen, Aluminium und den Erdalkalien bestimmen. Weiter wird gezeigt, daß man mit Hilfe der von Schwarzenbach[14] gegebenen scheinbaren Stabilitätskonstanten der EDTA- und NTA-Metallchelate einige zu erwartende Störungen recht gut abschätzen kann.

Die umgekehrten Titrationen ermöglichen unter anderem eine bequeme maßanalytische Bestimmung der Nitrilotriessigsäure, die als Trinatriumsalz, dem Trilon A der BASF, technische Bedeutung besitzt.

Der von Brown u. Hayes[1] benutzte Maleinsäurepuffer, mit dem ein p_H-Wert von 6,8 für die Bestimmung des Zinks mit EDTA gegen Eriochromschwarz T eingestellt wird, läßt sich durch Hexamethylentetramin ersetzen. Wie qualitative Vorversuche ergaben, scheint die Titration

des zweiwertigen Mangans im Urotropin-Puffer bei p_H 6,5—7,0 mit 0,1 m EDTA-Lösung gegen Eriochromschwarz T ebenfalls möglich zu sein.

Herr Prof. Dr. L. Erdey, Budapest, war so freundlich, mir den Redoxindicator Variaminblau B-Base zur Verfügung zu stellen. Der BASF danke ich für Trilon-Produkte. Herrn W. Johannsen, dem Laboratoriumsleiter der Metallhütte Mark A.G., bin ich für sein dieser Arbeit entgegengebrachtes Interesse zu Dank verpflichtet.

Literatur

[1] Brown, E. G., and T. J. Hayes, Anal. chim. Acta **9**, 1 (1953); vgl. diese Z. **143**, 211 (1954). — [2] Charlot, G.: Bull. Soc. chim. France **4**, 1235, 1244 (1937). — [3] Charlot, G., et R. Gauguin: Les méthodes d'analyse des réactions en solution S. 299. Paris: Masson 1951. — [4] Cheng, K. L., and R. H. Bray: Analyt. Chemistry **27**, 782 (1955); vgl. diese Z. **149**, 138 (1956). — [5] Erdey, L., u. A. Bodor: diese Z. **137**, 410 (1952/53). — [6] Erdey, L., E. Bodor u. M. Pápay: Acta chim. Acad. Sci. hung. **5**, 238 (1955); vgl. diese Z. **148**, 141 (1955). — [7] Flaschka, H., u. R. Püschel: diese Z. **147**, 354 (1955). — [8] Johannsen, W., E. Bobowski u. P. Wehber: Metall, im Druck. — [9] Musil, A., u. M. Theis: diese Z. **144**, 351 (1955). — [10] Pfeiffer, P., u. E. Schmitz: Z. anorg. Chem. **258**, 247 (1949). — [11] Přibil, R.: Collect. czechoslov. chem. Commun. **20**, 162 (1955); vgl. diese Z. **149**, 135 (1956). — [12] Ringbom, A., S. Siitonen and E. Vänninen: unveröffentlicht, nach: Anal. chim. Acta **11**, 156 (1954). — [13] Ringbom, A., and E. Vänninen: Anal. chim. Acta **11**, 153 (1954); vgl. diese Z. **145**, 294 (1955). — [14] Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration. Stuttgart: Enke 1955. — [15] Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration, S. 69. Stuttgart: Enke 1955. — [16] Schwarzenbach, G., u. W. Biedermann: Helv. chim. Acta **31**, 459 (1948). — [17] Suk, V., M. Malát u. A. Jeníčková: Collect. czechoslov. chem. Commun. **20**, 158 (1955); vgl. diese Z. **147**, 70 (1955). — [18] Theis, M.: diese Z. **144**, 275 (1955). — [19] Theis, M.: Radex-Rdsch. **1955**, 333. — [20] Wehber, P.: Mikrochim. Acta (Wien), **1955**, 927. — [21] Wehber, P.: diese Z. **149**, 244 (1956).

P. Wehber, Kiel, Lantziusstr. 13

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Auf Handel, Industrie und Landwirschaft bezügliche

Zur polarographischen Bestimmung einzelner Metalle in Titanlegierungen verwenden J. J. Mikula und M. Codell[1] folgende Methode: Zur *gleichzeitigen Bestimmung von Cu, Ni, und Co* in einem einzigen Polarogramm wird die 0,1 g-Probe mit 15 ml Wasser durch Zutropfen von 15 –20 Tr. 48%iger Flußsäure in der Wärme völlig gelöst. Mit 1—2 Tr. Salpetersäure wird das Titan oxydiert und nach Zugabe von 2 ml 72%iger Überchlorsäure zur Trockne eingedampft. Nach dem Abkühlen wird in 2,0 ml konz. Salzsäure aufgenommen und mit 50—75 ml Wasser in einen 100 ml-

[1] Analyt. Chemistry **27**, 729—732 (1955). Pitman-Dunn Labs., Frankford Arsenal, Philadelphia, Pa. (USA).

Kolben übergeführt. Bei Gegenwart von Cr werden dann noch 5 ml 10%ige Bariumchloridlösung zugesetzt, so daß Bariumchromat ausfällt. Dann werden 5 ml Pyridin zugefügt, man schüttelt und läßt 2 min stehen. Schließlich erfolgt Zugabe von 5 ml 1%iger Gelatinelösung und Auffüllen auf 100 ml. Die nach dem Durchmischen wieder abgesetzte klare Lösung wird mit Stickstoff (10 min) behandelt und von 0—1,3 V gegen die gesättigte Kalomelelektrode polarographiert (t etwa 3 sec, m etwa 1,8 mg/sec) Nach Korrektur um den Grundstrom und durch Vergleich mit Eichpolarogrammen werden die Stufenhöhen gemessen, deren Halbstufenpotentiale bei — 0,25 V (Cu), — 0,78 V(Ni) und — 1,06 V(Co) liegen. — Zur *Manganbestimmung* wird die 0,1 g-Probe mit 5 ml und etwa 10 Tr. Flußsäure unter leichtem Erwärmen in einer Platinschale gelöst, es wird wiederum das Titan mit 1—2 Tr. Salpetersäure oxydiert und schließlich nach Umfüllen in einen 100 ml-Kolben 5 min im Eisbad gekühlt. Dann wird, ohne daß die Temperatur über 20° C steigt, mit gesättigter Bariumhydroxydlösung tropfenweise bis zur ersten Trübung neutralisiert und mit Methylrot als Indicator so lange Bariumcarbonatpulver zugesetzt, bis die Lösung gelb ist. Mangan wird nicht mitgefällt und kann nach Zugabe von 2 ml 0,5%iger Gelatinelösung und Auffüllen auf 100 ml in der abgesetzten klaren Lösung polarographiert werden. Das Halbstufenpotential liegt bei — 1,54 V. Der Diffusionsstrom wird bei — 1,7 V gemessen. — Zur *Polarographie des Chromgehalts* wird die 0,1 g-Probe mit 25 mg chromfreiem Flußeisen, 5 ml 20%iger Schwefelsäure und 15—20 Tr. Flußsäure in der Platinschale gelöst, nach Zusatz von 2—3 Tr. Salpetersäure wird bis zum Auftreten von Schwefelsäuredämpfen vorsichtig abgedampft und nach dem Abkühlen mit Wasser in einen 250 ml-Becher gespült (etwa 100 ml). Durch 5 min langes Kochen wird das Titan hydrolysiert, dann wird nach Zugabe von 5 ml 0,25%iger Silbernitratlösung und 1 g Ammoniumpersulfat 10—15 min gekocht. Bei Abwesenheit von Mangan, das sich durch Rosafärbung zu erkennen gibt, wird nach dem Abkühlen das Eisen mit 4 n Natronlauge gefällt, es werden weitere 20 ml 4 n Natronlauge mit 25—30 Tr. 30%igem Wasserstoffperoxyd zugesetzt, und mit chromfreiem Graphit als Siedesteinchen wird dann bis auf 15—20 ml eingedampft. Nach Zugabe von 1 ml 0,5%iger Gelatinelösung wird auf 50 ml aufgefüllt und zwischen — 0,4 und — 1,6 V polarographiert. — Ist *Mangan* zugegen, so muß 10 min mit 1 ml konz. Salzsäure gekocht, filtriert und das siedendheiße Filtrat mit 4 n Natronlauge bis zur ersten bleibenden Fällung versetzt werden. Mit 20 ml Ammoniak und 20 ml Bromwasser wird 3—4 min gekocht, filtriert, mit warmer 2%iger Ammoniaklösung gewaschen und das Filtrat noch 10—15 min gekocht. Erst dann wird 4 n Natronlauge (20 ml) mit 25—30 Tr. Wasserstoffperoxyd zugegeben und 10 min gekocht, filtriert, eingedampft und wie oben angegeben polarographiert. Der Diffusionsstrom bei — 1,1 V wird gemessen. — Nach dieser Methode werden 0,2—5,0% Cu, Ni oder Co, auch nebeneinander, 1—10% Mn und 0,05—20% Cr mit üblicher Genauigkeit erfaßt. Der Mn-Gehalt muß über $1{,}8 \cdot 10^{-4}$ m betragen, da sonst die Ba-Stufe stört. Im Vergleich zum Mn-Gehalt soll der Gehalt an Co nicht mehr als doppelt, an Ni nicht mehr als dreimal und an Cu nicht über viermal so groß sein.

K. Cruse

Zur Bestimmung kleiner Mengen Silber in raffiniertem Wismut empfiehlt W. D. Nordling[1] das von K. L. Cheng[2] angegebene spezifische Silberbestimmungsverfahren mit 1,2,3-*Benztriazol*. 0,01—0,10% Ag lassen sich genau erfassen. — *Arbeitsvorschrift.* 15 g Wismutspäne werden in einem 400 ml-Becherglas mit 100 ml Salpetersäure (3:7) gelöst. Nach dem Verkochen der nitrosen Dämpfe werden 30 g Komplexon III (Dinatriumsalz) zugegeben und, falls zur vollständigen Lösung

[1] Chemist-Analyst **44**, 24 (1955). Grinnell Corp. Providence, Rhode Island (USA).

[2] Cheng, K. L.: Analyt. Chemistry **26**, 1038 (1954); vgl. diese Z. **145**, 43 (1955).

notwendig, nochmals erhitzt. Zur abgekühlten Lösung gibt man etwa 30 ml konz. Ammoniumhydroxydlösung, filtriert, verdünnt auf 300 ml und gibt zur schwach alkalischen Lösung 10 ml Benztriazollösung (2,50 g 1,2,3-Benztriazol werden in 30 ml konz. Ammoniumhydroxydlösung gelöst und mit Wasser auf 100 ml verdünnt). Die Lösung wird 30 min auf 80° C gehalten, heiß durch einen Glasfiltertiegel filtriert, der Niederschlag 5—6 mal mit je 10 ml heißem Wasser gewaschen, bei 100° C 1—2 Std. getrocknet und gewogen. Mit dem Faktor 0,4774 multipliziert erhält man den Silbergehalt. H. Schmidt, Wiesbaden

Die Niob- oder Tantalbestimmung in Uran und Zirkoniumlegierungen beschreiben G. W. C. Milner, G. A. Barnett und A. A. Smales[1]. Man extrahiert aus 10 m flußsaurer, 6 m schwefelsaurer und 2,2 m ammoniumfluoridhaltiger Lösung mit iso-Butyl-methylketon, extrahiert aus der organischen Phase Niob und Tantal in wäßrige Wasserstoffperoxydlösung, dampft die Lösung mit Schwefelsäure ein, löst in ammoniumoxalathaltiger Salzsäure, fällt Niob und Tantal mit *Tannin* bei p_H 4,5 und verglüht zu den Oxyden Nb_2O_5 und Ta_2O_5. — *Ausführung.* Man löst die Legierungsprobe in einer Platinschale in 25 ml Salpetersäure (D 1,42) unter 30minutigem Erhitzen, gibt dann 2—3 ml 40%ige Flußsäure bis zum Erhalt einer klaren Lösung und 30 ml Schwefelsäure (1:1) zu und dampft bis zum Auftreten von SO_3-Nebeln ein. Nach dem Abkühlen fügt man vorsichtig 20 ml 40%ige Flußsäure und 4 g Ammoniumfluorid zu, läßt wieder abkühlen, gibt alles in einen aus Polyäthylen bestehenden Scheidetrichter, dessen Herstellung im Original beschrieben wird, spült die Platinschale mit 3,5 ml Schwefelsäure (1:1) und so viel Wasser, daß das Gesamtvolumen 50 ml beträgt, nach und extrahiert 4mal mit je 50 ml vorbehandeltem iso-Butyl-methylketon (Hexon). Zur Vorbehandlung schüttelt man 300 ml Hexon mit 100 ml einer wäßrigen Lösung, die 10 m an HF, 6 m an H_2SO_4 und 2,2 m an NH_4F ist. Die vereinigten Extrakte wäscht man mit 50 ml einer 10 m fluß- und 6 m schwefelsauren Lösung die 4 g Ammoniumfluorid enthält. Aus der organischen Phase extrahiert man 3mal mit je 50 ml 5%iger H_2O_2-Lösung das zu bestimmende Niob und Tantal. In einer Platinschale fügt man zu den vereinigten wäßrigen Extrakten 10 ml Schwefelsäure (1:1), dampft ein bis Nebel auftreten, läßt abkühlen, gibt unter Rühren 10 ml Salzsäure (1:1) und 40 ml konz. Salzsäure sowie 5 g Ammoniumoxalat zu, bringt die Lösung in ein 400 ml-Becherglas, verdünnt auf 100 ml, bringt den p_H-Wert durch Zugabe von Ammoniak auf 4,5 (Universalindicator), verdünnt mit einer Ammoniumacetat/Essigsäurepufferlösung (p_H 4,5) auf 250 ml, fügt 1 g Tannin unter Rühren zu, kocht 2 min, läßt 1 Std lang warm stehen und filtriert. Man wäscht mit heißer 1%iger Ammoniumchloridlösung, die auch 1%ig an Tannin ist. Im Platintiegel glüht man bei 800° C und wägt nach dem Abkühlen als Pentoxyd. Die Fällung mit Tannin wird sicherheitshalber im Filtrat wiederholt. K. Brodersen

Eisen, Stahl. *Über die Fortschritte in der Analyse von Eisen und Eisenerzen* gibt E. Jaudon[2] eine kritische Übersicht mit eigenen Versuchen, wobei zunächst die Analysenmethoden und anschließend die Bestimmungen einzelner Elemente besprochen werden. — In der *Spektrographie* wurde die Dispersion der Apparate erhöht, der Wellenlängenbereich bis herab zu 2000 Å ausgedehnt. Moderne Apparate liefern im Monat die Werte von 10000—30000 der wichtigsten Bestandteile der Stähle. — In der *Spektrophotometrie*, bei der man monochromatisches Licht verwendet, wird meist im sichtbaren Gebiet, häufig aber auch im UV-Licht mit photo-

[1] Analyst (London) **80**, 380—390 (1955). Atom. Energy. Res. Establ., Harwell, Nr. Didcot, Berks. (England).

[2] Chim. analytique **37**, 45—52, 104—111 (1955).

elektrischer Auswertung gearbeitet. Auch hier gibt es Apparate mit automatischer Registrierung. Mit neuen, besonders organischen Reagentien können geeignete, spezifische Färbungen erzielt werden. — Im Gegensatz zu *potentiometrischen* und *polarographischen* Methoden hat die *Chromatographie* in der Eisenanalyse noch keine Anwendung gefunden. — Bei den *Trennungen* treten an Stelle der klassischen Methoden 1. die Fällung mit organischen Reagentien, wie Kupferron, Tannin, Oxin, wobei es auch möglich ist, solche Verbindungen mit organischen Lösungsmitteln zu extrahieren; 2. die Elektrolyse mit Hg-Kathode und 3. können störende Elemente durch Komplexbildung maskiert werden. Dabei ist zu den alten Komplexbildnern Tartrat und Citrat noch das Komplexon gekommen. — *Einzelne Elemente. Aluminium.* Aus der Lösung (Schwefelsäure oder Hydrogensulfatschmelze) wird das Eisen elektrolytisch mit Hg-Kathode abgeschieden und Aluminium nephelometrisch als Kupferronkomplex bei p_H 3,9—4,1 ermittelt. — *Arsen* wird in der dreiwertigen Stufe mit Bromwasserstoffsäure destilliert. Das überdestillierte Arsen wird wieder oxydiert und in Abwesenheit von Salpetersäure in den Molybdatkomplex übergeführt, der nach der Reduktion mit Hydrazin colorimetrisch gemessen wird. — *Bor* wird als Methylester abgetrennt und mit Chinalizarin, Curcumin oder Benzoin bestimmt. — *Kohlenstoff.* Empfindlicher als die klassische gravimetrische Bestimmung als CO_2 sind konduktometrische und nephelometrische Methoden, bei denen CO_2 in Barytlauge aufgefangen wird, oder die Methoden, bei welchen mit flüssigem Sauerstoff kondensiert und nach dem Wiederverdampfen in einem Gefäß mit bekanntem Volumen der Druck gemessen wird. Nach einem neueren Vorschlag wird die Anfangskonzentration der Barytlauge durch Elektrolyse von $BaCl_2$ mit konstanter Stromstärke wieder hergestellt und die Zeit, die dazu nötig ist gemessen. — *Chrom* wird aus überchlorsaurer Lösung in den Diphenylcarbazidkomplex übergeführt. Direkte Colorimetrie der Cr^{III}-Ionen muß mit Vorsicht angewandt werden. — *Niob und Tantal.* Nb und Ti führt man in die Peroxyverbindung über, bestimmt deren Menge durch Messung der UV-Absorption und erhält aus der Differenz zur Summe der Oxyde von Nb, Ta und Ti das Tantal. Bei einer anderen Methode wird die γ-Strahlung des Tantals gemessen, die beim Beschießen mit langsamen Neutronen auftritt. — *Calcium* kann ohne vorherige Trennung bei p_H 3,5—4,5 als Oxalat gefällt werden. Bei einem Mangangehalt über 3% muß umgefällt werden. — *Kupfer* wird mit Na-diäthyldithiocarbaminat bestimmt, nachdem Eisen mit Citrat maskiert ist, alsdann wird mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Nickel, welches dabei stört, kann mit Komplexon unschädlich gemacht und der Kupferkomplex sodann mit Äthylacetat extrahiert werden. — *Eisen.* Die salzsaure Lösung wird mit $SnCl_2$ reduziert, der Überschuß davon mit $HgCl_2$ oxydiert und Eisen mit Dichromat gegen Diphenylamin S titriert. — *Mangan* wird mit Permanganat bei Gegenwart von $P_2O_7^{4-}$ titriert, wobei Mn^{III} entsteht. Der Endpunkt wird potentiometrisch angezeigt. Es kann auch mit Persulfat zu Permangansäure oxydiert werden; die Lösung muß 10—20 mg Mn enthalten, ihr Volumen mindestens 500 ml betragen. Der Überschuß an Persulfat wird bei 95—98° C zerstört (nicht kochen). Auch Bismutat dient als Oxydationsmittel. $HMnO_4$ kann colorimetrisch bestimmt werden. — *Molybdän.* Der Natriummolybdänrhodanidkomplex wird mit $SnCl_2$ reduziert, mit Butylacetat ausgeschüttelt und seine Absorption gemessen. Eisen muß nicht abgetrennt werden. — *Phosphor* wird über das Phosphormolybdat als Molybdänblau bestimmt. Weniger empfindlich, aber schneller ist die Bestimmung als Molybdat-Vanadatkomplex. — *Silicium* wird mit Überchlorsäure oder Essigsäureanhydrid unlöslich gemacht oder colorimetrisch als Silicomolybdat ermittelt. Der Komplex kann auch, bei Mengen von 2—20 μg mit Chinolin ausgefällt und in Molybdänblau übergeführt werden, dessen Absorption dann gemessen wird. — *Schwefel* wird oxydiert und als $BaSO_4$ gefällt, oder zu SO_2 oxydiert und dieses in Jodlösung bekannten

Gehaltes eingeleitet. — *Titan* wird als Peroxyverbindung oder empfindlicher mit Chromotropsäure ermittelt. — *Vanadin* wird als Phosphor-Vanadin-Wolframsäure bestimmt oder man reduziert Eisen(III) nach $V^{4+} + Fe^{3+} = V^{5+} + Fe^{2+}$ und erfaßt Fe^{II} colorimetrisch mit o-Phenanthrolin. — *Zirkon* kann mit arseniger Säure und Mandelsäure gefällt werden. Titan wird dabei mit Bernsteinsäure in Lösung gehalten. Spektrophotometrisch kann es nach Fällung mit Paradimethylaminoazophenylarsinsäure und Lösen in Aceton bestimmt werden. — *Gase* in metallischem Eisen, vor allem Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff, werden durch Erhitzen ausgetrieben. Sie können anschließend physikalisch oder chemisch gemessen werden. Stickstoffverbindungen werden durch sauren oder alkalischen Aufschluß erfaßt. — Zur Ermittlung der *Einschlüsse*, Oxyde, Silicate, Sulfide, werden die Metalle durch Halogen oder anodisch gelöst (91 Literaturhinweise). G. Denk

Nach Untersuchungen von G. Venturello und A. M. Ghe[1] lassen sich *Metalle in Spezialstählen rundfilterpapierchromatographisch* nachweisen und bestimmen. Eine Einwaage von ungefähr 1 g Stahl behandelt man kalt mit 5 ml 1 : 1 verdünnter

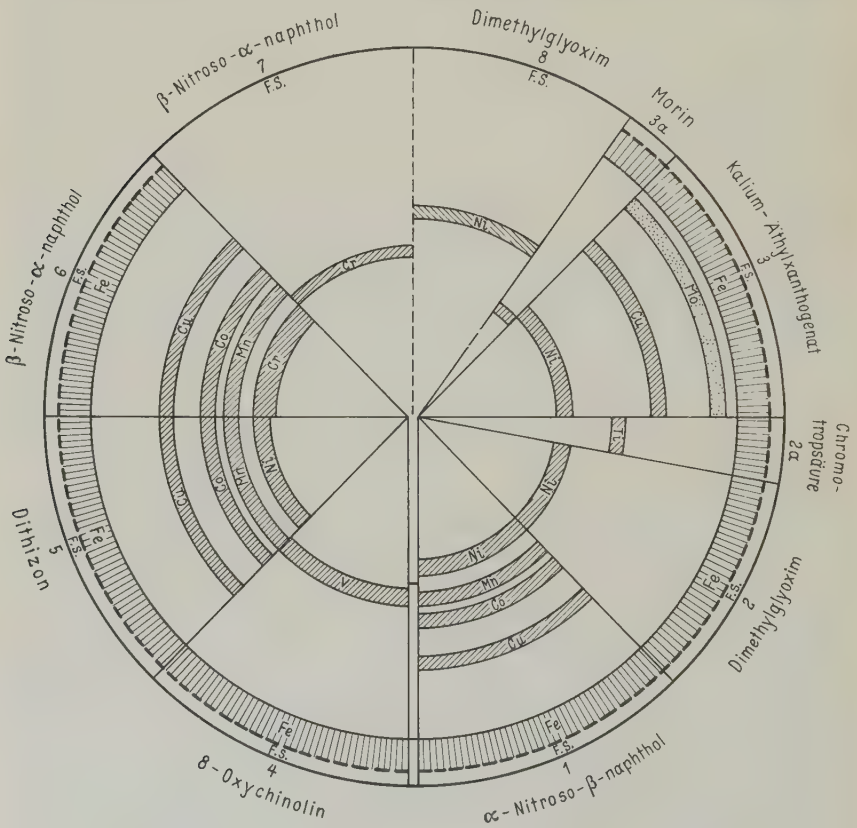

Abb. 1. Chromatogramm der in Spezialstählen häufig vorkommenden Elemente nach Venturello und Ghe

[1] Ann. Chimica **44**, 960—977 (1954). Univ. Bologna (Italien).

Salzsäure, digeriert auf dem Sandbad und fügt während des Eindampfens nach und nach weitere Salzsäure zu, bis ein Gesamtvolumen von 15—20 ml verbraucht ist. Sobald auf ein kleines Volumen eingeengt ist, nimmt man mit 6 ml Salzsäure auf und oxydiert in der Wärme mit 12 Tr. konz. Salpetersäure. Man engt nochmals stark ein, nimmt den feuchten Rückstand mit 4 ml Salzsäure auf und verdünnt in einem 20 ml-Meßkolben mit der gleichen Säure zur Marke. Von dieser Lösung verwendet man 0,05—0,1 ml zur Chromatographie, die man auf einem Whatman-Rundfilter Nr. 1 von 18,5 cm Durchmesser ausführt. Die Entwicklung erfolgt mit einem Gemisch aus n-Butanol, Acetessigester und Salzsäure (D 1,19) (37,5 : 37,5 : 25). Damit wird eine optimale Trennung erzielt; das Eisen zeigt einen R_f-Wert von 1. Die Entwicklung dauert 36—48 Std. Man trocknet die Chromatogramme an der Luft und zerschneidet sie in 10 Sektoren (Abb. 1): 1, 2, 2a, 3, 3a, 4, 5, 6, 7 und 8. 2a und 3a betragen etwa ein Viertel der ganzen Abschnitte 2 und 3. Man behandelt die Ausschnitte (in obiger Reihenfolge) mit den Reagentien α-Nitroso-β-naphthol, Dimethylglyoxim, Chromotropsäure, Xanthogenat, Morin, 8-Oxychinolin, Dithizon und β-Nitroso-α-naphthol. 7 und 8 bleiben mit dem „Docht" verbunden. Sie entwickelt man nach E. C. Martin[1] zur Trennung von Nickel und Chrom ein 2. Mal mit n-Butanol und Rhodanwasserstoffsäure, trocknet in Warmluft und behandelt sie mit β-Nitroso-α-naphthol und Dimethylglyoxim. Mit dem erstgenannten Lösungsmittel erhält man für die nachstehenden Kationen folgende R_f-Werte: Al 0,24, Cr 0,26, Ni 0,28, V 0,37, Mn 0,44, Ti 0,60, Co 0,63, Cu 0,70, Mo 0,88 und Fe 1,0. — Zur Bestimmung von insbesondere *Nickel*, *Vanadin* und *Kobalt* geht man von Vergleichskurven aus, die man mittels entsprechender Chromatogramme erhält. Man trägt die Breite der Bande in Millimeter oder den reziproken Flächenwert der mikro-photometrierten Bande gegen den Logarithmus der Konzentration in Prozenten auf. In beiden Fällen stellen sich diese Abhängigkeiten als streng lineare Funktionen dar. — Die 3 Metalle sind so mit einer Genauigkeit von ± 0,1% bestimmbar.

H. Freytag

Über den Vergleich der analytischen und der spektralen Methoden der Bestimmung des Gesamtaluminiums in Stählen berichten M. Lacomble und L. Dor[2]. Hierbei behandeln sie speziell ihre gravimetrische Bestimmung als $AlPO_4$ und die colorimetrische Bestimmung mit Ferron[3], für die auch die Arbeitsgänge mitgeteilt werden, während bei den spektrochemischen Verfahren lediglich auf den Unterschied bei Arbeiten mit und ohne Bezugslinie, aber nicht auf Anregungsart, Apparatur usw. eingegangen wird. Sie wenden die bekannten Methoden der Fehlerrechnung auf ihre Ergebnisse an und kommen zu dem Schluß, daß die Spektralanalyse den anderen Verfahren mindestens gleichwertig, in vieler Hinsicht, besonders bezüglich der Zeitersparnis und der Genauigkeit überlegen sei. In diesem Zusammenhang behaupten sie auch, durch ihre Untersuchung werde wieder einmal bewiesen, daß die der Spektralanalyse eigentümliche Schnelligkeit und die Einfachheit der Handhabung unabhängig von Nachbarelementen sei. J. van Calker

Zur photometrischen Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Eisen und Stahl kann nach H. Gotô und Y. Kakita[4] die *Reaktion mit Kakothelin*[5] dienen. Um das Zinn

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 511 (1951); vgl. diese Z. **137**, 40 (1952/53).

[2] Rev. Metallurgie **52**, 190—200 (1955).

[3] Davenport jr., W. H.: Analyt. Chemistry **21**, 710 (1949); vgl. diese Z. **131**, 141 (1950).

[4] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A. **6**, 12—17 (1954). Res. Inst. Iron, Steel and other Metals.

[5] Gotô, H., and Y. Kakita: Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ. Ser. A. **5**, 554 (1953); vgl. diese Z. **145**, 213 (1955).

anzureichern, empfehlen die Verff. an Stelle der unbefriedigenden Fällung mit Schwefelwasserstoff die Mitfällung des Zinns mit Mangandioxydhydrat als Sammler. In der Lösung des Niederschlages reduziert man Zinn mit Aluminium zur zweiwertigen Stufe und mißt die mit Kakothelin entwickelte Farbe bei 530 mμ. — *Arbeitsvorschrift.* Man löst 0,2—1 g Probe in 20 ml Salpetersäure (1 : 1) in der Hitze, erhitzt mit ungefähr 80 ml Wasser und 5 ml 5%iger $MnSO_4$-Lösung zum Kochen und versetzt die kochende Flüssigkeit tropfenweise mit 3 ml 1 n Permanganatlösung. Man erhitzt weiter bis zur vollständigen Fällung von manganiger Säure, läßt 10 min stehen, sammelt den Niederschlag auf einem Papierfilter und wäscht mit warmem Wasser. Hierauf bringt man den Niederschlag in das Fällungsgefäß zurück, wäscht das Filter mit 10 ml Salpetersäure (1 : 1) und etwas Wasserstoffperoxyd, läßt die Flüssigkeit zum Niederschlag fließen und wäscht mit Wasser nach. Durch Erhitzen wird der Niederschlag in Lösung gebracht und der H_2O_2-Überschuß verkocht. Hierauf fällt man nochmals mit n $KMnO_4$-Lösung, filtriert, wäscht wie oben, bringt in das Fällungsgefäß zurück, verwendet aber zum Waschen des Filters und Lösen des Niederschlages 12—14 ml 6 n Salzsäure mit etwas Wasserstoffperoxyd und dampft auf 10 ml ein. Nach Abfiltrieren etwaiger Filterfasern versetzt man das 20 ml betragende Filtrat mit 0,16 g Al-Folie und reduziert in der Hitze in CO_2-Atmosphäre. Hierauf kühlt man rasch, versetzt die Flüssigkeit mit 0,5 ml 0,2%iger Kakothelinlösung, ergänzt auf 20 ml und photometriert nach 10 min langem Stehen in CO_2-Atmosphäre mit Grünfilter S 53 gegen eine ebenso behandelte Blindprobe. Bei der Fällung von Mangandioxydhydrat kann man auch in perchlorsaurer statt in salpetersaurer Lösung arbeiten. Die Abweichungen der Zinnwerte gegenüber den jodometrisch bestimmten Zahlen betragen bei Gehalten von 0,03—0,06% Sn im Mittel etwa + 0,005%. Die Bestimmung kann in 1½—2 Std durchgeführt werden. H. Kurtenacker

Zur polarographischen Bestimmung von Titan in Hochtemperaturlegierungen verwenden E. Vandalen und R. P. Graham[1] m-Nitrophenylarsonsäure als Fällungsreagens. Der Niederschlag wird dann nach Wiederauflösen polarographisch analysiert. Die Methode hat den besonderen Vorteil, daß die Fällung im wesentlichen nur durch Eisen gestört ist, welches durch Elektrolyse an der Quecksilberkathode zuvor entfernt wird. — *Arbeitsweise.* 1—2 g etwa 2%iger Legierung werden zunächst mit 40 ml 72%iger Überchlorsäure in der Siedehitze am Rückflußkühler gelöst. Die Lösung wird mit wäßriger Überchlorsäurelösung (p_H 1,2) auf 250 ml gebracht. 25 ml hiervon werden mit der verdünnten Überchlorsäure auf 70 ml aufgefüllt, an der Quecksilberkathode nach R. P. Graham, A. Hitchen und J. A. Maxwell[2] mit 0,15 A/cm² und 5 V so lange elektrolysiert, bis die Lösung eisenfrei ist (etwa 30 min; Rhodanidtest). In einem 250 ml-Becher wird die Lösung dann mit 7,5 m Ammoniaklösung auf p_H 1,2 ± 0,4 eingestellt (Endvolumen etwa 150 ml) und mit 50 ml 0,8%iger m-Nitrophenylarsonsäurelösung gefällt, deren p_H-Wert zuvor ebenfalls auf 1,2 eingestellt und die 24 Std nach dem Ansetzen filtriert worden ist. Man läßt die Fällung 1 Std bei Raumtemperatur stehen. Sie erfolgt unter diesen Bedingungen quantitativ (99,9%), wie durch colorimetrische Messungen mit Dinatrium-1,2-dioxybenzol-3,5-disulfonat (Tiron) bewiesen wird. Dann wird durch Whatman-Papier Nr. 42 filtriert und 3mal mit verdünnter Überchlorsäurelösung (p_H 1,2) nachgewaschen. Der Niederschlag wird durch tropfenweise Aufgabe von 6 ml fast siedender 0,5 m Weinsäurelösung gelöst, die mit konz. Natronlauge stark alkalisch gemacht ist, und diese Lösung mit 5 m Überchlorsäurelösung gegen Methylrot neutralisiert. Nach Zugabe von 30 ml 0,5 m Kaliumdihydrogenphthalatlösung wird mit Wasser auf

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **12**, 489—498 (1955). McMaster Univ., Hamilton.
[2] Canad. J. Chem. **30**, 661 (1952); vgl. diese Z. **141**, 127 (1954).

100 ml aufgefüllt. Nach Belüften mit Stickstoff wird dann polarographiert. Die Höhe der einzigen (bei p_H 4) auftretenden Reduktionsstufe ist der Konzentration bis zu 10 mg Titan direkt proportional. Der Fehler der Methode — an 5 verschiedenen Legierungen geprüft und unter der Annahme der Bildung einer Diarsonverbindung — liegt bei 2%. K. Cruse

M. C. Steele und F. M. Hall[1] verfahren zur *Bestimmung von Titan und Vanadin nebeneinander im Stahl* so, daß sie mit Zink in heißer saurer Lösung Titan zu Ti^{3+} und Vanadin zu V^{2+} reduzieren, mit Eisen(III)-salz zu Ti^{4+} und V^{4+} umsetzen und das entstandene Eisen(II)-salz mit Permanganatlösung potentiometrisch bis zum ersten Potentialsprung titrieren (Verbrauch *a* Milliliter 0,05 n $KMnO_4$-Lösung). Dann wird mit Permanganatlösung heiß bis zum zweiten Potentialsprung weitertitriert, der dem Übergang V^{IV}—V^{V} entspricht (Verbrauch vom 1. zum 2. Potentialsprung *b* Milliliter 0,05 n $KMnO_4$-Lösung). Berechnung: mg $V = b \cdot 2{,}547$; mg $Ti = (a - 2b)\,2{,}395$. — Eine Variante des Verfahrens besteht darin, daß man zunächst mit SO_2 reduziert und mit Permanganat titriert (Verbrauch *b* ml 0,05 n Lösung), dann mit Zink reduziert, Eisenlösung zugibt und in der Hitze mit Permanganatlösung bis zur bleibenden Rotfärbung titriert [Verbrauch $(a + b)$ Milliliter 0,05 n Lösung]. Vor Ausführung der Bestimmungen werden die störenden Stahlbestandteile durch Elektrolyse an einer Quecksilberkathode entfernt. Etwa anwesendes Molybdän wird als Sulfid gefällt und abfiltriert. — *Ausführung.* Man neutralisiert die schwefelsaure Lösung von bis zu 2 g Probe nahezu mit Ammoniak, elektrolysiert mit 8—10 V und einer Stromdichte von etwa 0,3 A/cm² an der Quecksilberkathode und verfährt weiter nach *A* oder *B*. — *A.* Man säuert mit Schwefelsäure an, fügt granuliertes Zink zu, erhält 30 min in mäßigem Sieden, kühlt in CO_2-Atmosphäre (mit Eis) rasch ab und gießt in überschüssige saure Ammoniumeisenalaunlösung. Nach Zugabe von Phosphorsäure bis zur Entfärbung und noch eines Überschusses von 10 ml davon titriert man potentiometrisch bei wenigstens 60° C mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung unter Verwendung von Platin-Kalomelelektroden. — *B.* Nach dem Ansäuren mit Schwefelsäure leitet man in der Wärme SO_2 durch die Lösung, verkocht den SO_2-Überschuß und titriert heiß mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung. Hierauf behandelt man mit Zink usw. wie unter *A* und titriert wieder heiß mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung bis zur bleibenden Rotfärbung. A. Schleicher

Die spektrale Bestimmung von Phosphor und Kohlenstoff in Stählen mit der Profilierungsmethode behandeln R. Breckpot und Z. Hainski[2]. Dieses Verfahren beruht im wesentlichen darauf, daß der Eintrittsspalt des Spektralapparates langsam senkrecht zur optischen Achse hin- und herbewegt wird. Dadurch verschieben sich die Spektrallinien um entsprechende Beträge vor den Spalten der Multipliers, durch welche nun die Linienprofile aufgenommen und mit einem automatisch registrierenden Millivoltmeter Philips Type PR 2000 M geschrieben werden. Die Verff. beschreiben ihre Anregungsverfahren, die aus einer Funkenentladung vom Feussner-Typ und einem intermittierenden Bogen mit Hilfszündung sowie Dauerbogen bestehen. Für die Bestimmung von Phosphor in Stahl wird die letztgenannte Entladung gewählt. Man beobachtet hierbei einen Destillationseffekt, bei dem die Intensität der P-Linien 2136,19 Å und 2149,11 Å zunächst zunimmt. Ist ihr Profil nach etwa 8—9 sec konstant geworden, so läßt sich hieraus über eine Verfahrenseichung der Phosphorgehalt so genau bestimmen, daß die Verwendung von Bezugslinien, etwa des Eisens, nicht erforderlich ist. Die „Profilierungsmethode" erleichtert die Einstellung der Multiplierspalte auf die gewünschten Linien und Störungen

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 384—388 (1953). Techn. College, Wollongong.
[2] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 646—656. Univ. Löwen (Belgien).

durch Temperaturschwankungen werden vermieden. Die Verff. verwenden Elektrodenstäbchen von 10 mm ⌀ und 50 mm Länge, an die ein Conus von 60° mit einer ebenen Endfläche von 1 mm ⌀ angedreht wird.

C. G. Carlsson und L. Danielsson[1] schildern die *direktschreibende spektrochemische Bestimmung von Phosphor in Stahl und Eisenerz.* Die Phosphorbestimmung begegnet wegen der Koinzidenzen der in Frage kommenden Linien großen Schwierigkeiten. Auch die beiden Phosphorlinien 2136,20 Å und 2149,11 Å liegen in unmittelbarer Nachbarschaft von zwei Kupferlinien. Trotzdem können sie zur Analyse verwendet werden. Die Verff. beschreiben ihre Apparatur, bei der die Lichtregistrierung durch Multiplier 1 P 28 (RCA) erfolgt. In die Fokalebene des Quarzspektrographen werden Austrittsspalte an den Stellen der in Frage kommenden Linien angeordnet. Über die Multiplier werden Kondensatoren aufgeladen, deren Spannung ein Maß für die Intensität der auffallenden Strahlung ist. Für die Phosphorbestimmung werden die genannten Phosphorlinien und als Bezugslinie die Eisenlinie 2253,1 Å gewählt. Neben verschiedenen anderen Entladungsarten bewährt sich besonders ein fremdgezündeter Niederspannungsfunken von 220 Volt, Primärwiderstand 20 Ω, Kapazität 200 μF, Induktivität 0,05 mH, Widerstand des Entladungskreises 4 Ω. Der Entladungsstrom wurde mit einem Hochfrequenzamperemeter zu 8 A gemessen. Die Schaltung zur Messung der Spannung auf den Meßkondensatoren wird im einzelnen beschrieben. Mit der Anordnung können Phosphorgehalte bis herab zu 0,005% sowohl in Stahl, als auch in Eisenerz mit einer Genauigkeit von etwa $\pm$ 5% bestimmt werden. Für die Analyse der Erzproben werden diese fein pulverisiert, mit Graphitpulver vermengt und zu Pastillen verpreßt. Die Preßlinge werden genau wie Metallproben verfunkt, doch eignet sich hierzu besser ein Niederspannungsfunken von 220 V, 30 μF, 0,05 mH, 70 Ω.

Ein spektrographisches Verfahren zur Bestimmung von Phosphor in Stahl beschreiben auch L. S. Brooks und F. R. Bryan[2]. Diese Aufgabe begegnet großem praktischem Interesse, ist aber wegen der zahlreichen Koinzidenzen der Phosphorlinien mit den Linien von Eisen, Kupfer und anderen Elementen nur schwierig zu lösen. Die Verff. verwenden die Phosphorlinie 2149,11 Å, die sie mit einem großen Littrow-Quarzspektrographen gerade noch von der Kupferlinie 2148,97 Å trennen können. In diesem Spektralbereich ist die Platteneichung mit den üblichen Filterverfahren schwierig. Die Verff. kalibrieren die verwendete Platte — Ilford Q 2 — deshalb nach einem von Dieke angegebenen Verfahren an Hand einiger Eisenlinien, deren Intensitätsverhältnisse bekannt sind und auf der Analysenplatte ausphotometriert werden. Die Verfahrenseichung erfolgt an Hand von Standardproben. Zur Anregung dient ein Wechselstrombogen von 4000 V, 2,5 A. Bis zur Einstellung des Gleichgewichts ist eine Einbrennzeit von ungefähr 20 min erforderlich. Die Belichtungszeit beträgt 45 sec. Die Auswertung erfolgt in der üblichen Weise über Eichkurven. Das Analysenmaterial wird entweder unmittelbar als Elektrode verwendet, oder pulverisiert und in bestimmter Korngröße in die Bohrung einer Graphitelektrode eingebracht. Beide Verfahren zeigen im Verlauf der Eichkurven und hinsichtlich der Genauigkeit keine wesentlichen Unterschiede. Die quantitativen Phosphorbestimmungen liegen im Bereich zwischen 0,003 und 0,061% in Stahl. J. van Calker

Ein Verfahren zur spektralphotometrischen Bestimmung von Niob in Stählen haben J. L. Kassner, A. Garcia-Porrata und E. L. Grove[3] ausgearbeitet. Danach wird

[1] Spectrochimica Acta **6**, 418—434 (1954).

[2] Spectrochimica Acta **6**, 413—417 (1954). Ford Motor Comp., Dearborn, Michigan.

[3] Analyt. Chemistry **27**, 492—494 (1955). Univ. Alabama, University, Ala. (USA).

aus der mit einem Salzsäure-Salpetersäuregemisch aufgeschlossenen Stahlprobe nach Erhitzen mit Perchlorsäure das Niob in Anwesenheit von schwefliger Säure hydrolytisch gefällt. Der Niederschlag wird verglüht und mit Kaliumhydrogensulfat aufgeschlossen. Aus der mit Ammoniumcitrat gepufferten Aufschlußlösung extrahiert man das Niob als Oxinat mit Chloroform und photometriert den gelben Extrakt im Absorptionsmaximum bei 385 mμ. Der molare Extinktionskoeffizient des Nioboxinates ist $1{,}13 \cdot 10^4$ [$l \cdot Mol^{-1} \cdot cm^{-1}$]. Von den in Stählen vorkommenden Elementen werden bei der Hydrolyse außer Niob auch Tantal, Wolfram, Silicium, Zinn und Antimon gefällt; Mangan, Molybdän, Vanadin, Bor, Titan und Zirkon können mitgefällt werden, die beiden letztgenannten als Phosphate. Mangan, Titan und Zirkon gehen beim Digerieren des Niederschlages mit Perchlorsäure in Lösung, die übrigen bilden keine bei p_H 9,4 mit Chloroform extrahierbaren bzw. keine gefärbten Oxinate. Niob wird in einem Arbeitsgang praktisch quantitativ extrahiert. Die Lösung ist im Dunkeln lange Zeit stabil. Starkes Sonnenlicht bewirkt rasche Zersetzung. Die Absorptionsbande des freien 8-Oxychinolins unterhalb 360 mμ stört die Messung nicht. — *Arbeitsweise.* Man löst ungefähr 200 mg Stahl in 50 ml einer Mischung (1 : 1) von 37%iger Salzsäure und 70%iger Salpetersäure, gibt dann 35 ml 71%ige Perchlorsäure hinzu und erhitzt zum Sieden. Das Gefäß wird bedeckt und noch 30 min unter Rückfluß der Perchlorsäure erhitzt. Nach Abkühlung versetzt man mit 50 ml Wasser, 50 ml frisch bereiteter schwefliger Säure und etwas Filterschleim und verdünnt auf 300 ml. Danach erhitzt man unter Umrühren 10 min lang zum Sieden, läßt 2 Std stehen und filtriert anschließend. Den Rückstand wäscht man mit 2%iger Salzsäure, verglüht ihn und schließt ihn im Platintiegel mit Kaliumhydrogensulfat auf. Die Schmelze wird mit 40 ml heißer Citronensäurelösung (10 g/40 ml) aufgenommen und im Meßkolben auf 250 ml verdünnt. Zu einem aliqoten Anteil von 15 ml gibt man in einem Schütteltrichter 15 ml genau 1 n Ammoniaklösung und schüttelt 3 min lang mit einer 1,0%igen Lösung von 8-Oxychinolin in Chloroform. Nach Abtrennung der Chloroformphase mißt man ihre Extinktion bei 385 mμ gegen eine gleichartig behandelte Blindprobe. Die Niobkonzentration entnimmt man einer in entsprechender Weise aufgestellten Eichkurve. Man kann so 0,02—0,08 mg Niob bestimmen. H. Specker

C. Artero-Soteras[1] gibt eine *Übersicht über die Methoden zur Sauerstoffbestimmung in Stählen.* Es werden hauptsächlich behandelt die Verfahren der elektrolytischen Auflösung und der darauf folgenden chemischen Analyse der ungelöst gebliebenen Einschlüsse sowie das mikroskopische Verfahren, bei welchem in einem begrenzten Teil der Oberfläche des Metalls mit Hilfe des Okularmikrometers die vorhandenen Einschlüsse festgestellt werden. Aus der Gesamtfläche der Einschlüsse, ihrem spez. Gewicht und dem bekannten Schwefelgehalt des Stahls kann der Sauerstoffgehalt berechnet werden. Irmgard Schweitzer

H. Gotô und Sh. Watanabe[2] führten eine Untersuchung aus, um die günstigsten Bedingungen für die *Manganbestimmung in Eisen und Stahl* nach der Persulfat-Silbernitratmethode unter Verwendung der Titration mit Eisen(II)-salzlösung festzustellen. Es wurden insbesondere die Einflüsse der Mineralsäurekonzentration, der Kochdauer und der Menge Phosphorsäure geprüft. Nach diesen Versuchen erhält man genaue Resultate, wenn die Lösungen in bezug auf Schwefelsäure 1,2 n bis 2,4 n, auf Salpetersäure 0,53 n bis 1,20 n, oder auf das Säuregemisch von Schwefelsäure und Salpetersäure (3 : 1) 0,6 n bis 1,2 n sind. Perchlorsäure soll nicht angewendet werden.

[1] Inform. Quím. analít. **9**, 53—62 (1955). Lab. de Giesa, Zaragoza (Spanien).

[2] Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A **6**, 1—11 (1954), Res. Inst. Iron, Steel and other Metals.

Die Kochdauer zur Zersetzung des Persulfatüberschusses soll 5 min nicht wesentlich überschreiten, da sich sonst zu niedrige Mn-Werte ergeben. Bei 1 g Einwaage sollen wenigstens 4 ml Phosphorsäure (D 1,7) zugegen sein. — *Arbeitsvorschrift.* Man löst 0,25—2 g Probe je nach Mn-Gehalt in der Hitze in 30 ml Schwefelsäure (1 : 5) und 10 ml Salpetersäure (1 : 3), vertreibt die nitrosen Gase, fügt 150 ml Wasser, 5 ml 2%ige Silbernitratlösung und 5 ml Phosphorsäure (D 1,7) hinzu. Nach dem Verdünnen auf 200 ml versetzt man mit 2 g $(NH_4)_2S_2O_8$ und kocht 2 min länger als die starke Gasentwicklung infolge Zersetzung des Persulfats anhält. Nach dem Kühlen unter 30° C versetzt man mit 0,1 n $FeSO_4$-Lösung (etwa 10 ml Überschuß) und titriert mit 0,1 n $KMnO_4$-Lösung zurück. — In *Gegenwart von Chrom und Vanadium* wiederholt man nach der Manganbestimmung die obige Oxydation mit Persulfat, zersetzt aber dann die höheren Manganoxydationsstufen durch Zugabe von 5 ml Salzsäure (1 : 4), verkocht das Chlor und verfährt weiter wie oben. Das Mangan ergibt sich dann aus der Differenz der beiden Bestimmungen. — In Stählen mit 0,3—2,3% Mn betrugen die Analysenfehler 0,00 bis ± 0,01% Mn.

H. Kurtenacker

Zur schnellen Bestimmung von Mangan in Eisen und Stahl lösen T. Mukoyama T. Ono und A. Shibata[1] 0,2 g der Probe, die 0,3—2,0 mg Mn enthält, mit Salpetersäure oder Salpeter- und Schwefelsäure, oxydieren wie üblich mit Ammoniumperoxydisulfat, titrieren dann aber statt mit arseniger Säure mit 0,004 m Natriumthiosulfatlösung bei Temperaturen unter 35° C. 50% Ni, 0,5% Cu, < 0,25% Cr und < 3% Co stören nicht. Die Thiosulfatlösung muß alle 10 Tage gegen eine Eisen-Manganlösung eingestellt werden.

G. Denk

Blei- und Kupferspuren in metallischem Nickel werden von Sh. Yokosuka[2] entweder polarographisch oder colorimetrisch mit Dithizon bestimmt. Bei der direkten polarographischen Bestimmung von Blei in 1 m Ammoniumacetatlösung liegt die unterste Erfassungsgrenze bei 0,005%; unterhalb dieser Konzentration ist vor der polarographischen Methode eine Anreicherung nach der H_2S-Methode durchzuführen. Bei der Dithizonmethode können Bleimengen bis herab zu 0,0002% bestimmt werden, die Genauigkeit liegt im Bereich von 30—50 μg innerhalb ± 3,3%. Der Zeitbedarf für Metallproben beträgt dabei 1 Std, für Lösungen 20 min. Die Extraktionsbedingungen und der Einfluß anderer Elemente wurden untersucht und die Bedingungen für die direkte Extraktion einer 1 g-Probe festgelegt. Verf. kommt zu der Feststellung, daß diese Methode für industrielle Anwendung geeignet ist. — Die direkte polarographische Kupferbestimmung bis herab zu 0,005% kann innerhalb 3 Std durchgeführt werden, während die Anreicherung mit H_2S 6—7 Std benötigt und Cu-Mengen bis herab zu 0,001% erfaßt. Bei der colorimetrischen Methode mit Dithizon wurden der Einfluß anderer Elemente und die Extraktionsbedingungen untersucht und eine Industriemethode zur Bestimmung von Cu bis herab zu 0,0002% in Metallproben innerhalb 100 min bzw. 30 min bei Lösungen ausgearbeitet.

H. Schmidt, Wiesbaden

Kleine Mengen Magnesium, bis herab zu 0,0002% in metallischem Nickel können nach Sh. Yokosuka[3] colorimetrisch mit Titangelb bestimmt werden. Untersucht wurden der Einfluß von Schutzkolloiden, die Störungen durch andere Metalle, die Beständigkeit der Färbung und die Abtrennung großer Mengen Nickel durch

[1] Jap. Analyst 4, 80—84 (1955). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Yamanashi Univ.

[2] Jap. Analyst 4, 99—105 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Bessi Mine Office, Sumimoto Metal Mining Co., Ltd. (Japan).

[3] Jap. Analyst 4, 141—144 (1955). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Sumitomo Metal Mining Co., Ltd. (Japan).

Elektrolyse mit Quecksilberkathode. Eine Vorschrift zur Bestimmung von Magnesiumgehalten bis herab zu 0,0002% Mg für Industrieanalysen wird gegeben.
G. Denk

Zur Prüfung der Zusammensetzung von Gegenständen aus Edelmetall empfehlen V. Šilhanová und J. Kvaček[1] nachstehende Arbeitsweise, bei der der Prüfling praktisch unbeschädigt bleibt[2]. Auf die Oberfläche des zu prüfenden Metalls gibt man 1 Tr. konz. Scheidewasser, dampft ihn langsam zur Trockne und wiederholt dies so oft, bis ein für die Tüpfelproben ausreichender Rückstand bleibt. Diesen löst man in 1 Tr. Wasser und überträgt die Lösung mit einer Capillare auf ein Uhrglas, wo sie mit Salzsäure auf dem Wasserbade eingedampft wird. Man löst diesen Rückstand in Wasser, zieht die Lösung von etwa abgeschiedenem Silberchlorid ab und verwendet sie für die folgenden Nachweise. — *Gold-Nachweis.* Man trägt 1 Tr. Prüflösung auf mit Benzidinlösung getränktes Filterpapier auf. Blaufärbung zeigt Gold an. Iridium stört, Platin gibt Blaufärbung erst nach einer Weile. In Gegenwart anderer Edelmetalle kann man auch auf mit Fe^{II}-Salzlösung imprägniertem Filterpapier prüfen (schwarzer Fleck). Der charakteristische Nachweis als Cassiuspurpur wird bei Anwesenheit von Palladium ausgeführt, indem man mit Dimethylglyoximlösung getränktes Papier antüpfelt. Es bildet sich ein Fleck aus gelbem Niederschlag in der Tüpfelmitte, während das Goldsalz an die Peripherie wandert, wo es mit Zinn(II)-chloridlösung nachgewiesen wird. — *Platin-Nachweis.* Filterpapier tüpfelt man mit Zinn(II)-chlorid- und dann mit Prüflösung an, wobei ein gelber bis orangefarbiger Fleck entsteht. Palladium und Gold stören. Man verfährt in Anwesenheit von Pd wie beim Goldnachweis. In Gegenwart von geringen Mengen Gold und Palladium fällt man Pt als Tl_2PtCl_6, indem man auf Filterpapier mit Thalliumnitrat-, dann mit Prüf- und nochmals mit der Reagenslösung auftüpfelt. Gold und Palladium liefern mit Tl^+ braune Verbindungen, die mit 1 Tr. Ammoniak gleichzeitig mit dem $TlNO_3$-Überschuß beseitigt werden. Auf den verbleibenden Niederschlag trägt man 1 Tr. $SnCl_2$-Lösung auf. Falls größere Gold- oder Palladiummengen vorliegen, reduziert man beide Salze vorher mit phosphoriger Säure durch Erwärmen der Prüflösung auf dem Uhrglas. In Abwesenheit von Iridium und nach Reduktion von Gold mit Fe^{2+} kann man auch die Benzidinreaktion (siehe oben) zum Pt-Nachweis verwenden. Die Lösung muß einen p_H-Wert von 3 haben. — Der *Palladiumnachweis* gelingt mit Dimethylglyoxim (gelber, in Ammoniak und Lauge löslicher Niederschlag), ebenso zuverlässig mit Thioharnstoff (gelber bis orangefarbener Tüpfel bei Anwesenheit von mindestens $5 \cdot 10^{-5}$ g Pd in 0,001 ml Lösung). Osmium und Ruthenium stören im letzten Fall durch Rot- bzw. Blaufärbung. Der Pd-Nachweis ist auch als schwer lösliches $Tl_2AuPdCl_7$ möglich. — Zum *Iridiumnachweis* eignet sich am besten die Benzidinreaktion (augenblickliche Blaufärbung, Empfindlichkeit $1 \cdot 10^{-7}$ g Ir/0,005 ml). Anwesendes Gold wird zunächst durch Fällung mit Fe^{2+} entfernt, das entstandene Ir^{3+} wird mit Salpetersäure zu Ir^{4+} rückoxydiert. Man kann Ir^{4+} auch mit gesättigter NH_4Cl-Lösung als $(NH_4)_2IrCl_6$ (gelber Fleck) nachweisen. Pt^{4+} gibt die gleiche Reaktion. — *Rhodiumnachweis.* Au, Pt und Pd werden zunächst entfernt, indem man auf dem Uhrglas mit 1—2 Tr. Alkohol, 1 Kristall Dimethylglyoxim, 1 Tr. gesättigter Lösung von Mohrschem Salz und einigen Kristallen NH_4Cl versetzt und die Lösung vom Niederschlag abzieht. Auf Rh prüft man dann durch Tüpfeln auf Filterpapier mit 1 Tr. einer Mischung von 2 ml gesättigter NH_4Cl-Lösung, 1 ml gesättigter KJ-Lösung und 1 ml 20%iger $SnCl_2$-Lösung. Kirschrote Färbung zeigt Rh mit einer Empfindlichkeit von $1 \cdot 10^{-6}$ bis $5 \cdot 10^{-7}$ g Rh/0,005 ml an.
H. Freytag

[1] Chem. Listy **49**, 266—268 (1955) [Tschechisch]. Probieramt Prag.
[2] V. Šilhanová, Chem. Listy **47**, 742 (1953); vgl. diese Z. **141**, 66 (1954).

Die polarographische Bestimmung von Zink in Erzen mit großen Zinkgehalten (62—71%) läßt sich nach W. VINAVER[1] mit einem mittleren Fehler von nur 0,2% ausführen, wenn bei sorgfältigster Temperierung der Probelösung und des in der Tropfelektrode verwendeten Quecksilbers nach folgender *Vorschrift* gearbeitet wird. 0,5 g der Probe werden in 20 ml Salzsäure und einigen Tropfen Wasserstoffperoxyd in der Siedehitze gelöst und nach Zugabe von 15 ml Salzsäure und 50 ml Wasser noch einige Minuten weiter im Sieden gehalten. Zur abgekühlten Lösung werden 60 ml Ammoniumcarbonatlösung und 20 ml 0,4%ige Gelatinelösung mit 0,1% Salicylsäuregehalt zugesetzt, dann wird auf 500 ml aufgefüllt und 2 Std stehen gelassen. 10 ml der klaren Lösung werden dann ohne Entfernen des Sauerstoffs gegen eine 1 cm^2 große Quecksilberbodenanode bei — 1,0 und — 1,7 V (jeweils 2 min nach Anlegen der Spannung) polarographiert (t = 1 sec). Die Differenz beider am stark gedämpften Milliamperemeter (Klasse 0,2) abgelesenen Diffusionsströme wird mit Eichpolarogrammen verglichen. Schwer lösliche Proben können auch in anderen Mineralsäuren gelöst werden, müssen dann aber zur Trockne eingedampft und in Salzsäure aufgenommen werden. Bei 100 Probeanalysen lag der Maximalfehler nicht über 0,4%. K. CRUSE

Zur Manganbestimmung in Erzen und Gesteinen empfehlen D. N. FINKELŠTEJN und I. B. PETROPAVLOVSKAJA[2] die Persulfatmethode von V. I. KUZNECOV und L. M. BUDANOVA[3], bei welcher *Kobaltsalz* an Stelle des teuren Silbernitrats als Katalysator dient. — *Ausführung. Bei geringen Mangangehalten.* Man versetzt 0,5—1 g Erz mit 15 ml Königswasser, gibt nach dem Abflauen der Reaktion 10 ml Schwefelsäure (1:1) zu und dampft bis zur Entwicklung von weißen Dämpfen 2 mal ein. Nach dem Abkühlen werden 100—120 ml Wasser und 20 ml Säuregemisch zugefügt [750 ml Wasser + 125 ml Schwefelsäure (D 1,84) + 125 ml Phosphorsäure (D 1,7)]. Man erhitzt bis zum Auflösen, setzt 20 ml Katalysator- (0,5% $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ + 2% $CuSO_4 \cdot 5H_2O$) und 20 ml 25%ige Ammonpersulfatlösung hinzu, kocht bis zur vollen Entwicklung der Permangansäurefarbe, läßt 10 min warm stehen (zwecks Zersetzung des überschüssigen Persulfats) und titriert mit Arsenitlösung (1 ml ≅ 0,0002 g MnO). Zur Kontrolle wird erneut erhitzt, Mn mit Persulfat oxydiert und die Titration wiederholt. — *Bei größeren Mn-Mengen* läßt sich das $AgNO_3$ nicht völlig ausschalten: Man löst 0,1—0,2 g feingemahlenes Erz in 20 ml Phosphorsäure (D 1,7), wobei man bis auf 300—350° C (Heizplatte) erhitzt, setzt 200—300 ml Wasser, 20 ml Co-Cu-Katalysatorlösung und 1 ml 0,2%ige $AgNO_3$-Lösung hinzu, erhitzt zum Sieden und setzt langsam 30 ml 25%ige Ammoniumpersulfatlösung hinzu. Nach 4—5 min Sieden wird wiederum 10—12 min lang warm gestellt, dann abgekühlt und mit 0,2 m MOHRscher Salzlösung (enthaltend 180 ml konz. H_2SO_4 je Liter) unter Verwendung von 5 Tr. 0,1%iger Diphenylaminsulfonatlösung als Indicator titriert. Die Beleganalysen sind befriedigend.
A. VON WILPERT

Eine automatische Methode zur photometrischen Titration von Calcium und Magnesium in Carbonatgesteinen mit Äthylendiamintetraessigsäure beschreiben L. SHAPIRO und W. W. BRANNOCK[4]. — *Ausführung.* Die Apparatur besteht aus einer 20 l MARIOTTEschen Flasche für die Titrationslösung auf einem Wandbrett;

[1] Chim. analytique **37**, 136—139 (1955).

[2] Ž. anal. Chim. **10**, 180—183 (1955) [Russisch]. Zentrales Labor. der Uraler Geolog. Verwaltung.

[3] Ž. anal. Chim. 8, 55 (1953) [Russisch]; vgl. diese Z. **145**, 75 (1955); siehe auch L. M. KULBERG, L. A. MOLOT und L. F. GRIGOREVA, Ž. anal. Chim. 8, 370 (1953); vgl. diese Z. **143**, 79 (1954).

[4] Analyt. Chemistry **27**, 725—728 (1955). Agric. Res. Center, Beltville, Md. (USA).

durch diese Anordnung wird ein konstanter Fluß dieser Lösung gewährleistet. Die Maßlösung gelangt über einen magnetischen Absperrhahn durch eine Capillare in den Titrationsbecher, dieser steht in einem einfachen Colorimeter, das mit einem Selenphotoelement arbeitet. Das Durchmischen der zu titrierenden Lösung erfolgt über einen Magnetrührer. Die Endpunktsanzeige geschieht durch ein Tintenschreiber-Milliamperemeter (Vollausschlag 1 mA, Innenwiderstand unter 2000 Ω). Der Papiervorschub soll etwa 7,5 cm/min betragen. Die 6 V/35 W-Lampe wird über einen Stabilisator gespeist. Das Photoelement wird unter Zwischenschaltung einer 1,5 V Trockenbatterie (— Pol-Element mit + Pol-Batterie verbinden!) an den Tintenschreiber angeschlossen. Bei Betätigung des magnetischen Hahnes wird automatisch der Papiervorschub eingeschaltet. Für die Ca-Titration wird ein Orange- + Grünfilter, für die Mg-Titration nur ein Orangefilter vor das Photoelement gesteckt. — *Ausführung.* 0,5 g Einwaage werden in 20 ml Salzsäure (1 + 3) unter Erwärmen gelöst. Soll das im Unlöslichen enthaltene Ca und Mg mitbestimmt werden, so ist der Rückstand in bekannter Weise mit Flußsäure und Schwefelsäure abzurauchen, mit dem Hauptfiltrat zu vereinigen und dann auf 250 ml aufzufüllen. *Für die Calciumbestimmung* werden 10 ml Abnahme im 400 ml-Titrierbecher mit 10 ml 15%iger Natronlauge, 1 ml 0,2%iger Murexidindicatorlösung (nur etwa 3 Tage haltbar) und 200 ml Wasser versetzt und hiervon etwa 10—20 ml in ein kleines Gläschen abgenommen und beiseite gestellt. Aus einer Bürette wird nun solange konz. Komplexonlösung zugegeben (7,0 g Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure/41) bis der Farbumschlag deutlich von Lachsrot nach Purpur erfolgt ist. Der Bürettenstand wird sorgfältig abgelesen. Jetzt fügt man den abgenommenen Teil der Probe zur titrierten Lösung (der Indicator schlägt wieder nach Lachsrot um), verdünnt auf 300 ml bis zur Marke am Titrierbecher und setzt nun das Glas in das Colorimeter. Der Tintenschreiber wird mit dem Lichtstromwiderstand auf den größten Ausschlag eingestellt, die Capillare in die Lösung eingetaucht, der Magnetrührer eingeschaltet und der magnetische Hahn betätigt. Die Titration wird solange fortgesetzt, bis der Schreiber eine parallele Linie zum Papiervorschub aufzeichnet. Der Endpunkt ist dann graphisch aus der Richtungsänderung der Aufzeichnung zu ermitteln (Schnittpunkt). Die Eichung der Anzeigeeinrichtung erfolgt mit je 1 ml und 10 ml einer Ca-Standardlösung (0,3 mg CaO/ml) unter den gleichen Bedingungen. — *Für die Magnesiumbestimmung* gibt man 25 ml der oben bereiteten Probelösung in einen 250 ml-Meßkolben, füllt etwa 200 ml Wasser, 1 ml Aluminiumchloridlösung (0,5 mg Al_2O_3/ml) + 15 ml Ammoniumchlorid-Methylrotindicatorlösung (1 l 15%ige NH_4Cl-Lösung + 10 ml 0,02%ige Methylrotlösung) zu und tropfenweise Ammoniak (1:1), bis der Indicator nach Gelb umschlägt und füllt bis zur Marke auf. Man filtriert 25 ml partiell, setzt 10 ml Pufferlösung [66 g NH_4Cl in 1 l Ammoniak (1 + 1)] und 10 ml 20%ige Natriumwolframatlösung zu, kocht etwa 2 min, dekantiert ohne Nachwaschen in den Titrierbecher, fügt 1 ml Eriochromschwarz T als Indicator (0,2%ige Lösung, nur 3 Tage haltbar!) zu und titriert wie bei der Ca-Bestimmung beschrieben. Die Eichung erfolgt mit einer Mg-Standardlösung unter den gleichen Bedingungen. 12 verschiedene Kalkstein- und Dolomitproben zeigten sehr gute Übereinstimmung mit den Sollwerten bei einem Maximalfehler von 2%. H. Pohl

Die spektrochemische Bestimmung von Thorium in Monazitsand nach der Gleichstrombogentechnik unter Zusatz von Graphitpulver behandeln C.V. Dutra und K. J. Murata[1]. Sie gehen zunächst auf die Verteilung des ThO_2 im Monazitsand ein und behandeln die Möglichkeit, Zirkonium als Bezugselement für die spektro-

[1] Spectrochimica Acta (London) **6**, 373—382 (1954). Inst. Tecnol. Indust., Belo Horizonte, (Brasilien) und U.S. Geological Survey, Washington, D.C.

chemische Th-Bestimmung zu verwenden. Diese muß wegen des gelegentlichen Vorkommens von größeren Mengen Zr im Analysenmaterial jeweils geprüft werden. Die Proben werden pulverisiert und mit einer für geologische Untersuchungen eingeführten Mischung von 60 Tl. Quarz, 40 Tl. Mikroklin und 1 Tl. speziell gereinigtem Eisenoxyd, der 0,538% ZrO_2 zugesetzt werden, im Verhältnis 1:14 vermengt. Schließlich wird noch die Hälfte des Probengewichts an Graphitpulver zugefügt und die gesamte Mischung im Achatmörser gründlich verrieben. Etwa 25 mg dieser Mischung werden in die Bohrung einer Graphitanode eingepreßt. Der Lichtbogen wird 5,5fach vergrößert auf den Spalt des Gitterspektrographen abgebildet, so daß Licht aus einem etwa 2 mm langen Gebiet aus der Mitte des Entladungsraumes in den Spektrographen gelangt. Untersuchungen des zeitlichen Intensitätsverlaufs der ThII-Linie 2870,415 Å und der Zr-Linien ZrII 2844,579 Å und ZrI 2875,983 Å veranlassen die Verff. als Analysenlinienpaar die Linien Th 2870 und Zr 2844 zu verwenden, deren Intensität-Zeit-Kurven zwischen 75 und 105 sec Bogendauer annähernd parallel verlaufen. Der maximale Fehler der spektrochemischen ThO_2-Bestimmung beträgt 9%. Das Verfahren wird angewandt, um autoradiographische Beobachtungen an einzelnen Monazitkristallen zu ergänzen. Die spektrochemische Analyse ergab an den stärker geschwärzten Stellen jeweils höhere ThO_2-Gehalte. Schließlich untersuchen die Verff. noch die Brauchbarkeit von Nb und Pt als Bezugselement, die aber beide wesentlich ungünstigere Ergebnisse liefern, was sich besonders aus dem zeitlichen Verhalten der Linien beider Elemente ergibt.

J. van Calker

Für die Schnellbestimmung von Wasser in Silicatgesteinen schlagen L. Shapiro und W. W. Brannock[1] eine Modifikation des Verfahrens nach S. L. Penfield[2] vor, die in weniger als 10 min durchzuführen ist. — *Ausführung.* 1 g der gepulverten Gesteinsprobe, die bei Gegenwart von viel Schwefel mit 3 g wasserfreiem Natriumwolframat zu mischen ist, wird in ein Glührohr (18 × 150 mm) eingebracht. Ein Stück Filtrierpapier (13 cm^2) wird nach der Wägung ohne Berührung mit der bloßen Hand zu einem Zylinder gerollt und in den oberen Teil des Glührohres eingeführt. Als Verschluß des Rohres dient ein einfach durchbohrter Gummistopfen. Unter Kühlung des Oberteiles mit feuchtem Papier wird das Rohr in horizontaler Lage 5 min lang so erhitzt, daß das Wasser möglichst vollständig in den oberen Teil übergeht. Nach einer Abkühlzeit von 1 min wird das Wasser durch Anpressen der Papierrolle von den Wänden des Rohres entfernt und im Wägeglas die Gewichtszunahme des Filterpapieres festgestellt. Zum Ausgleich der experimentell bedingten Wasserverluste werden 10% zu dem festgestellten Wert zugeschlagen, wenn die vom Papier absorbierte Wassermenge weniger als 20 mg beträgt. Bei Absorptionswerten über 20 mg erfolgt ein Zuschlag von 2 mg. Die Genauigkeit der Schnellmethode entspricht der des ursprünglichen Penfield-Verfahrens. Die mitgeteilten Kontrollbestimmungen schwanken maximal um ± 0,8 mg. Sigrid Hüttig

Mit der Spektralanalyse der Tone auf ihre Grundkomponenten befaßten sich E. Je. Vajnštejn, T. F. Borovik-Romanova und V. V. Korolev[3]. Die Spektren wurden mit einem Gleichstromflammenbogen von 10 A und 250 V erzeugt. 1 Teil des feingepulverten Silicats wurde mit 39 Teilen CuO und 60 Teilen Kohlepulver vermischt; um Zerstäuben zu vermeiden wurde etwas Kohlepulver drübergestreut. 10 mg Probe verdampfte in $3^1/_2$ min. Die Belichtungszeit belief sich auf 1 min. Als Bestimmungslinien wurden gewählt (in Å-Einheiten): Si 2514,3; Al 3082,2; Ca 4226,7 und (bei größeren Ca-Mengen) 3179,3; Mg 2802.7 (bei viel Mg 2779.8); Fe 2599.6.

[1] Analyt. Chemistry **27**, 560–562 (1955). U.S. Geolog. Survey, Beltsville. Md.
[2] Amer. J. Sci., 3. Ser. **48**, 31 (1894); vgl. diese Z. **36**, 34 (1897).
[3] Ž. anal. Chim. **10**. 158–163 (1955) [Russisch]. Akad. Wiss. UdSSR. Moskau.

Als Vergleichslinien dienten die Cu-Linien 4275,1, 3073,8 und 2441,6 Å. Die untersuchten Proben enthielten 30—75% SiO_2, 6—35% Al_2O_3, 1—15% MgO, 1—20% Fe_2O_3 und 0,1—30% CaO. Die mit Vergleichsproben gewonnenen Eichkurven verlaufen im untersuchten Bereich geradlinig. Die Analysenwerte wurden aus 6—8 Parallelproben ermittelt. Die mittlere Abweichung der gefundenen Werte von den gewichtsanalytischen Daten betrug 4—6%. Die Reproduzierbarkeit war unterschiedlich: für MgO 5,8, für SiO_2 4,5, für CaO 4.3, für Fe_2O_3 2,5 und für Al_2O_3 1,4%.
A. von Wilpert

Über die Differential-Thermoanalyse und ihre Anwendung bei der Untersuchung von Baustoffen gibt D. B. Honeyborne[1] eine Übersicht, in der neben einem kurzen historischen Rückblick auf die Prinzipien, Möglichkeiten und Grenzen dieser Methode sowie auf Einsatzmöglichkeiten in anderen Zweigen der Mineralogie hingewiesen wird. Während die Thermoanalyse als Rohstoffkontrolle für die Zementindustrie kaum von Interesse ist, hat sie in der Technologie der Feuertonprodukte besondere Bedeutung erlangt, da sie in der Lage ist, Aussagen über die mineralogische Zusammensetzung von Tonen zu machen, die mit klassischen Analysenmethoden nicht erhalten werden können; eine Feststellung, die durch zahlreiche Diagramme unterstrichen wird. Ihre Anwendung ist jedoch nicht nur auf die Untersuchung von Ausgangsmaterialien beschränkt, auch Fertigprodukte (z. B. Ziegel) können mit ihrer Hilfe auf Brenntemperatur, Zusammensetzung usw. untersucht werden. In der Übersicht werden auch Arbeiten erwähnt, die sich bei Untersuchungen von Zement- und Mörtelmaterialien dieser Methoden bedienten. Abschließend geht Verf. auf die Grenzen der Methode ein, die durch Verschiedenartigkeit der Thermogramme beim Erhitzen gleicher Substanzen in verschiedenen Apparaten, Schwierigkeiten bei der Beschaffung von Standardmineralien in genügend reiner Form, Reaktion zwischen Komponenten, Zusammentreffen von Reaktionskurven usw. gegeben sind. (30 Literaturzitate.) H. Schmidt, Wiesbaden

Zur Abtrennung und Bestimmung von Zirkoniumoxyd in Gläsern und feuerfesten Erzeugnissen empfiehlt J. Löffler[2] folgendes Vorgehen: Man fällt das Zirkonium in bekannter Weise als Phosphat oder Arsenat in 10% Schwefelsäure und Wasserstoffperoxyd enthaltender Lösung bei 35—40° C (die Temperatur darf nicht überschritten werden, da der Niederschlag sonst schwer filtrierbar wird), filtriert durch Weißbandfilter und wäscht mit wasserstoffperoxydhaltiger Schwefelsäure titanfrei. Dem in ein Becherglas gebrachten Niederschlag fügt man 4—16 g Oxalsäure hinzu, verdünnt bis zu einer Konzentration von 8% Oxalsäure, versetzt mit dem gleichen Volumen 8%iger Schwefelsäure, kühlt gut ab und fällt mit Kupferron. Statt Oxalsäure kann auch Weinsäure verwendet werden. In Gegenwart von Oxalsäure (Weinsäure) setzen sich auch ungelöste Teile des Niederschlages quantitativ zum Kupferronkomplex um. Der Niederschlag wird in bekannter Weise gewaschen und verglüht. — Das Filtrat von Zirkonphosphat versetzt man mit Weinsäure, macht ammoniakalisch und fällt Al, Fe und Zn mit Oxychinolin. Das durch das Wasserstoffperoxyd in Lösung gebliebene Titan bestimmt man nach dem Ansäuren durch Fällen mit Kupferron. — Die Trennung des Zirkoniums von Zn, (Co, Ni, Cu) durch Fällung mit Ammoniak ist nicht möglich, weil ein großer Teil der Metalle vom Zirkonoxydhydratniederschlag aufgenommen wird. H. Kurtenacker

Über die Methodik der röntgenspektrographischen Bestimmung des Hafniums in Zirkonmineralien und Konzentraten berichten E. Je. Vajnštejn, I. D. Ševa-

[1] Chem. and Ind. **1955**, 662—669. D.S.I.R. Building Res. Stat., Garston, Watford, Herts. (England).

[2] Glastechn. Ber. **27**, 418 (1954). Deutsche Tafelglas AG., Witten (Ruhr).

LEEVSKIJ und I. F. ŠTAUBERG[1]. Die Messung des Hf-Gehalts erfolgte an der intensivsten Hf-Linie der L-Serie ($L\sigma_1$), die zur Unterdrückung der mit ihr (fast) zusammenfallenden Linie $K\alpha_1$ des Zr bei 18 kV (der Anregungsspannung dieser Zr-Linie) angeregt wurde; sie wurde mit den $L\sigma_1$-Linien des Ta oder Lu (als Vergleichslinien) zusammen photometriert. Unter Zuhilfenahme von 9 Zr-Standardproben mit 0,05—10% Hf konnten Hf-Bestimmungen ab 0,2% Hf mit einer Genauigkeit bis auf etwa 5% durchgeführt werden (nur in 10% der Analysen wurden Abweichungen bis 18% beobachtet). Ein Ersatz der Cu-Antikathoden durch Al (zwecks Verminderung der Grundstrahlung) empfahl sich nicht (Erhitzung). A. VON WILPERT

Spuren Blei in analysenreinem Natriumchlorid bestimmen K. SUGIHARA und T. SAITO[2] polarographisch in folgender Weise. Die wäßrige Kochsalzlösung wird bei p_H 9 mit Dithizon-Tetrachlorkohlenstofflösung extrahiert und das Blei dem Extrakt mit Salzsäure entzogen. Die Salzsäurelösung wird abgedampft und der Rückstand in Weinsäure-Ammoniumacetatlösung als Grundlösung aufgenommen. 20—60 μg Blei werden in 150—450 ml Lösung zu 95% wiedergefunden. Unzureichendes Abdampfen der Salzsäure bedingt Störungen des Polarogramms durch Zersetzungsprodukte des Dithizons. Auch Spuren Zn, Cu und Ni lassen sich nachweisen, wenn an Stelle von Weinsäure KCN verwendet wird. K. CRUSE

Der Sulfatgehalt in analysenreinem Calcium-, Natrium- oder Kaliumcarbonat wird von H. J. KEILY und L. B. ROGERS[3] nephelometrisch bestimmt. — 10 g des Salzes werden in Wasser oder in einem geringen Überschuß an Salzsäure zu einem Volumen von weniger als 70 ml gelöst. Nachdem p_H 1,0 eingestellt ist, werden 20 ml absolutes Äthanol zugegeben, sodann wird die Lösung mit Salzsäure (p_H 1,0) im Meßkolben auf 100 ml verdünnt. Zur Ausfällung von $BaSO_4$ werden 0,42 g Bariumchloridkristalle in 20 ml dieser Lösung mit einem konstant laufenden Rührer aufgelöst. 15—60 min nach der Reagenszugabe wird die Trübung mit einem Coleman-Photonephelometer, Modell 7, gemessen. Liegen weniger als 2 μg/ml Sulfat vor, dann müssen die Lösungen vor der Fällung filtriert werden. Mit Lösungen bekannten Sulfatgehalts wird eine Eichkurve aufgestellt. G. DENK

Analyse von Chromatfarben. *Blei oder Zink* läßt sich neben Chromat polarographisch in einem einzigen Arbeitsgang bestimmen, so daß sich die Polarographie auch vorteilhaft zur Analyse von Chromatfarben heranziehen läßt, wie J. BALTES und P. WIERTZ[4] gezeigt haben. Ähnlich wie bei der früher beschriebenen Analyse von Bleimennige[5] steht damit eine einfache Methode zur Ermittlung der wertgebenden Bestandteile in verschnittenen Chromatpigmenten zur Verfügung. — *Arbeitsvorschrift.* 0,2—0,4 g der Bleichromatprobe werden mit 4 g KOH und 5 ml Wasser unter Erwärmen gelöst und nach dem Abkühlen auf 100 ml aufgefüllt. 10 ml der klaren Lösung werden mit je 10 ml 0,1 m Ammoniumchlorid-, 0,1 m Ammoniumcitrat- und 0,1 m Natriumhydroxydlösung versetzt und wiederum auf 100 ml aufgefüllt. Wird nach Belüften mit Stickstoff (5 min) die Tropfelektrode eingesetzt und z. B. mit $t = 3{,}15$ sec, $m = 3{,}308$ mg sec^{-1} polarographiert, so sind die bei

[1] Ž. anal. Chim. **10**, 14—19 (1955) [Russisch]. Akad. Wiss. UdSSR, Moskau.

[2] Jap. Analyst **4**, 27—30 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Osaka Indu t. Res. Inst. (Japan).

[3] Analyt. Chemistry **27**, 759—764 (1955). Inst. Technol. Cambridge, Mass. (USA).

[4] Fette u. Seifen **57**, 182—184 (1955). Inst. Fettforsch. und Chem. Landesunters.-Amt Nordrhein-Westf., Münster.

[5] BALTES, J., u. P. WIERTZ: Fette u. Seifen **56**, 84 (1954); vgl. diese Z. **144**, 223 (1955).

— 0,19 und — 0,58 V (CrO_4- bzw. Pb-Stufe) gegen die gesättigte Kalomelelektrode auftretenden Stufen in der Höhe im Konzentrationsbereich 10^{-5}—10^{-4} m Lösung der Konzentration proportional. Die Diffusionsstromkonstanten betragen für die Bleistufe 2,300 μA und für die Chromatstufe 6,158 μA. — Zinkchromat wird in der gleichen Weise zur Analyse vorbereitet, jedoch werden nur 0,01 m Lösungen zugesetzt. Die Diffusionsstromkonstanten wurden zu 2,752 μA für die Zn-Stufe bei $E_{1/2} = -1{,}21$ V und zu 4,945 μA für die Chromatstufe bei $E_{1/2} = -0{,}158$ V ermittelt. — Zur quantitativen Bestimmung wird ein Vergleich mit Blindproben empfohlen. Der Gehalt wird mit Hilfe der Ilcovič-Gleichung berechnet. Es gilt für Bleifarben: $\%Pb = (0{,}9009\, i_d F)/EK$, $\%CrO_4 = (0{,}1884\, i_d F)/EK$; für Zinkfarben: $\%Zn = (0{,}237\, i_d F)/EK$, $\%CrO_4 = (0{,}235\, i_d F)/EK$ — mit E als Einwaage in Gramm, F als Verdünnungsfaktor und K als Capillarkonstante. K. Cruse

Zur raschen Phosphatbestimmung, besonders in den Gemischen von Natriumcarbonat, Dinatriumphosphat und Stärke, die zur *Kesselwasserbehandlung* Verwendung finden, empfehlen D. M. Zall, E. Wagman und N. Ingber[1] die Titration mit Säure zu Mononatriumphosphat, wobei Methylpurpur[2] als Indicator dient. Natriumcarbonat wird vor der Phosphatbestimmung mit Säure gegen Phenolphthalein als Indicator titriert. Das Verfahren kann auch zur Bestimmung von Phosphor in Gußeisen oder in organischen Phosphorverbindungen benutzt werden. — *Arbeitsvorschrift.* Die nicht mehr als je 0,15 g Na_2CO_3 und Na_2HPO_4 enthaltende Probe wird mit Wasser auf 100 ml verdünnt. Nach Zusatz von 4 Tr. Methylpurpurlösung versetzt man mit 0,1 n Schwefelsäure, bis der Indicator von Grün nach Purpur umschlägt; danach werden weitere 5 ml Säure zugegeben. Nach Vertreiben von CO_2 durch kräftiges Kochen oder auch durch 20minutiges Einleiten von CO_2-freier Luft titriert man bei Raumtemperatur mit carbonatfreier Standardnatronlauge auf Grün und nach Zusatz von 4 Tr. Phenolphthalein weiter bis zur mindestens 30 sec beständigen deutlichen Rosafärbung, g Na_2CO_3 = (ml Schwefelsäure — ml Natronlauge) × Normalität × 0,053. — Die gleiche Probe wird nun mit Standardschwefelsäure bis zur deutlichen Purpurfärbung zurücktitriert und aus dem Säureverbrauch der Phosphatgehalt berechnet. — *Phosphor in Gußeisen.* 5 g der Probe werden in einem mit einem Uhrglas bedeckten 400 ml-Becherglas mit 50 ml Salpetersäure (1:1) gelöst. Nach Zusatz einiger Tropfen Fluorwasserstoffsäure wird nochmals gekocht, anschließend werden 35 ml konz. Perchlorsäure zugesetzt und solange erhitzt, bis der größte Teil der Säure verflüchtigt ist. Nach dem Abkühlen wird mit 75 ml Wasser verdünnt, filtriert und mit heißem Wasser mehrmals gewaschen. Aus einem Scheidetrichter läßt man nun das Filtrat in einen 500 ml-Meßkolben tropfen, der 150 ml heiße 50%ige Natriumhydroxydlösung enthält. Der Scheidetrichter wird zweimal mit dest. Wasser ausgewaschen, das Waschwasser mit der Hauptlösung im Meßkolben vereinigt. Dann wird zur Marke aufgefüllt, gut durchgeschüttelt und nach erfolgter Absetzung des Niederschlages dekantiert. Die dekantierte Lösung wird durch ein trockenes Filter filtriert. 200 ml des Filtrates werden mit verdünnter Schwefelsäure (1:3) gegen Phenolphthalein neutralisiert, anschließend werden 5 ml der Säure im Überschuß zugegeben. Nach 15minutigem Kochen und Abkühlen setzt man 4 Tr. Phenolphthalein zu und neutralisiert sorgfältig mit verdünnter Natriumhydroxydlösung (1:5) (CO_2-frei!). Nach Zusatz von 4 Tr. Methylpurpurlösung wird mit 0,05 n Schwefelsäure zum Methylpurpurendpunkt titriert und der Phosphorgehalt berechnet. Zur Abtrennung des Phosphors von störenden Elementen kann auch die Quecksilberkathode benutzt werden,

[1] Analyt. Chemistry **27**, 277—279 (1955). U.S.N. Engineering Experiment Station, Annapolis, Md. (USA).

[2] Fleisher, H.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **15**, 742 (1943).

wobei die Elektrolyse entweder in schwefel- oder perchlorsaurer Lösung erfolgt. Nach erfolgter Elektrolyse wird der Elektrolyt abgezogen, Quecksilber mit CO_2-freiem Wasser gewaschen, Lösung und Waschwasser vereinigt und durch Einleiten von CO_2-freier Luft von CO_2 befreit. Die Titration erfolgt dann wie beschrieben. —*Organische Phosphorverbindungen.* Eine angemessene Menge der zu untersuchenden Substanz wird in einer Sauerstoffbombe verbrannt. Die Probe wird dann in ein 400 ml-Becherglas übergespült und mit Natronlauge alkalisch gemacht. Irgendwelche Niederschläge werden abfiltriert und das Filtrat wie oben beschrieben weiterbehandelt. HEINZ SCHMIDT, Wiesbaden

Zur Bestimmung von Fluor in Verchromungsbädern geben T. HIGASHINO und S. MUSHA[1] folgende *Arbeitsweise* an, durch die 0,2—5 mg F/l erfaßt werden: Man verdünnt das Bad 75fach, reduziert in 5 ml dieser verdünnten Probe durch Erhitzen mit 2 ml Alkohol und 3 ml 1 n Salzsäure das Chrom zu Chrom(III), entfernt Cr^{III} mit einem Kationenaustauscher (Daiya Ion K), macht bis zum Rotwerden von Phenolphthalein mit Natronlauge alkalisch und versetzt mit 5 ml Alaunlösung (40 μg Aluminium enthaltend), 8 ml 1 n Salzsäure, 5 ml 3 n Ammoniumacetatlösung, 5 ml 0,1%iger Aluminonlösung und 0,5 ml 6 n Ammoniumcarbonatlösung. Man füllt auf 100 ml auf (p_H 4,6), läßt 45 min im Thermostaten bei 31° C stehen und colorimetriert. Die Eichkurve wird unter gleichen Bedingungen hergestellt. Der Zeitbedarf für eine Bestimmung ist 75 min, die Genauigkeit beträgt 2%. Es stören Kiesel- und Oxalsäure. K. BRODERSEN

Zur Bestimmung von Phosphat in perchlor- oder schwefelsauren Lösungen von Uranphosphaten entfernen E. G. COGBILL, J. C. WHITE und C. D. SUSANO[2] Uran und andere störende Komponenten durch Ionenaustausch und titrieren dann das Phosphat amperometrisch mit Uranylacetat. Der Fehler beträgt im Mittel etwa 0,5%. — *Ausführung.* Man neutralisiert 5 ml der Probelösung, die mindestens 25 mg PO_4 enthalten sollen, mit konz. Ammoniak gegen Methylrot, gibt 5 ml konz. Salpetersäure hinzu und kocht 1—2 min. Dann verdünnt man mit 300 ml Wasser, läßt durch die Austauschersäule (Dowex 50, 24 × 2 cm, mit 2 n Natronlauge und 5—6 n Salzsäure gewaschen) mit einer Geschwindigkeit von 5 ml/min fließen und wäscht mit Wasser, bis das Eluat insgesamt 500 ml beträgt (Meßkolben). Zu 50 ml davon gibt man 5 Tr. einer 0,1%igen alkoholischen Lösung von Bromkresolgrün, neutralisiert mit 2 n Natronlauge und versetzt mit 0,1 n Salzsäure bis die Lösung gelbgrün ist. Hierauf fügt man 0,5 ml 0,1 n Essigsäure, 7 ml 1 n Kaliumchloridlösung und 17 ml Äthanol hinzu und kann nach dem Abkühlen mit 0,035 m Uranylacetatlösung im inerten Gasstrom bei einer angelegten Spannung von —0,7 V (gegen die gesättigte Kalomelelektrode) amperometrisch titrieren. G. DENK

Erdöl und Erdölprodukte. E. B. CHILDS und J. A. KANEHANN[3] beschreiben *die Anwendung des logarithmischen Sektors für die quantitative spektrographische Analyse von Petroleum-Aschenrückständen.* Sie gehen zunächst auf die bekannten Grundlagen der Photometrierung mit logarithmischem Sektor ein und beschreiben dann ihr Analysenverfahren. Bei diesem werden die Proben — gebrauchtes Maschinenöl, Ölschlamm und dergleichen — bei 1000° C verascht. Die Asche wird dann mit der zehnfachen Menge an Lithiumcarbonat vermengt und schließlich wird 1% Indium als Bezugselement in Oxydform zugegeben. Das Gemisch wird in die Bohrung einer Spektralkohle eingebracht. Hierauf wird gegen eine zweite Spektralkohleelektrode

[1] Jap. Analyst 4, 3 –8 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Engin. College, Univ. Naniwa, (Japan).

[2] Analyt. Chemistry 27, 455—457 (1955). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).

[3] Analyt. Chemistry 27, 222—225 (1955). Socony-Vacuum Oil Co., Inc., Brooklyn.

ein Gleichstrombogen durch Hochfrequenzfunken gezündet. Während der Gesamtbelichtungszeit von 25 sec wird die Anfangsstromstärke von 7,5 A nach 5 sec zur Aufrechterhaltung der Empfindlichkeit für 20 sec auf 16 A gesteigert. Zur quantitativen Auswertung werden die Längen der Spektrallinien mit einer Meßlupe gemessen, woraus die Intensitätsverhältnisse der Analysenlinien zu der In-Linie 2932,6 Å unmittelbar berechnet werden. Mit Eichkurven von entsprechend aufgenommenen Standardproben können dann die den Intensitätsverhältnissen entsprechenden Konzentrationen bestimmt werden. Der durchschnittliche Fehler beträgt 30%. Folgende Elemente werden bestimmt: Al, Mg, Pb, Sn, Si, Fe, Cr, Ba, Ca, Cu und Ag. J. VAN CALKER

Zur chromatographischen Bestimmung der verschiedenen Kohlenwasserstoffklassen in Erdölprodukten beschreiben P. G. HARVEY und R. M. PEARSON[1] ein einfaches und genaues Verfahren, das nur 0,5 ml Probe erfordert und in weniger als 2 Std durchzuführen ist. Das Verfahren ähnelt der von D. W. CRIDDLE und R. L. LE TOURNEAU[2] angegebenen Methode, benutzt aber andere Indicatoren. Die Adsorption erfolgt an Silicagel. Zur Sichtbarmachung der Grenze zwischen Aromaten und Nichtaromaten werden zwei visuelle Indicatoren empfohlen, nämlich Bisdiphenylenäthylen (Herstellung beschrieben) für Aromaten mit 8 oder weniger C-Atomen und Carotin für die höher siedenden Aromaten mit mehreren und langen Seitenketten. Die Grenze zwischen Olefinen und Aromaten bzw. gesättigten Kohlenwasserstoffen wird durch Fluorescenzindicatoren sichtbar gemacht, die nach einem ausführlich beschriebenen Verfahren durch Extraktion von Trinidadasphalt mit Benzol gewonnen werden. Olefine geben blaue, Aromaten purpurfarbene Fluorescenz. — *Ausführung.* Zur Analyse mit visuellem Indicator füllt man in den unteren kalibrierten Teil des Rohres (Abb. 1) auf eine Länge von etwa 500 mm Silicagel (60—200 B.S.-Sieb) ein, darauf folgt in einer Länge von 40 mm ein durch inniges Verreiben hergestelltes Gemisch von 0,1 g eines der beiden Indicatoren mit 100 g Silicagel, anschließend wieder reines Silicagel bis auf 60—80 mm Höhe im erweiterten Teil des Rohres. Nun pipettiert man 0,5 ml Probe ein, füllt nach Adsorption weiteres Gel in 10 mm Höhe ein, drückt fest und gibt 15 ml Alkohol darauf. Dann setzt man oben den durchbohrten Schliffstopfen auf und legt Druck an, der langsam von 0,35 auf 1,05 at gesteigert wird. Wenn die Grenze der Aromaten, die durch ein schmales braunes Band gekennzeichnet ist, die unteren 500 mm des engen Rohrteiles erreicht hat, mißt man die Gesamtlänge der Probe (L) und die Länge der Aromatzone (L_A); die Volumprozente der Aromaten sind dann $L_A \cdot 100/L$. Die Streuung der Ablesungen ist nicht größer als $\pm$ 0,2%. – Die Arbeitsweise mit den Fluorescenzindicatoren unterscheidet sich von dem beschriebenen Verfahren nur dadurch, daß

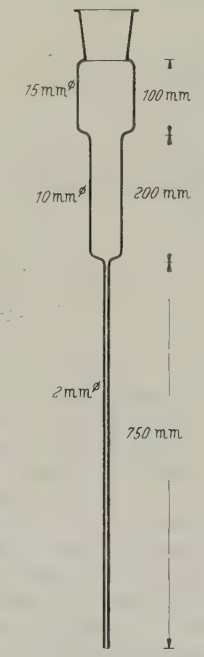

Abb. 1. Chromatographierohr nach HARVEY und PEARSON

[1] Analyst (London) **79**, 158—163 (1954). Imp. Chem. Ind., Ltd., Billingham, Durham (England).

[2] Analyt. Chemistry **23**, 1620 (1951); vgl. diese Z. **137**, 126 (1952/53).

kleine Mengen der Indicatoren in der Probe gelöst werden, bevor man sie auf die Säule bringt, die nur mit reinem Silicagel gefüllt ist. Die Paraffine bilden die Frontzone, dann folgen die Olefine, weiter die Aromaten. Alle werden durch Alkohol als Eluent verdrängt. J. EISENBRAND

Die Verbindungstypen in der Schweröl-fraktion eines Erdöls identifizierten H. E. LUMPKIN und B. H. JOHNSON[1], indem sie das Schweröl chromatographisch zerlegten und die dabei gewonnenen Fraktionen absorptions- und massenspektrometrisch untersuchten. Von dem etwa zwischen 300 und 500° C siedenden Öl wurden 50 g mit 10 ml Benzol verdünnt und auf eine Silicagelsäule aufgebracht. Beim Durchwaschen mit Isooctan wurde ungefähr die Hälfte des Öls in Form von gesättigten Kohlenwasserstoffen eluiert, bevor Aromaten kamen. Mit Isooctan-Benzol (9:1) wurden weitere 30% (*A*), mit reinem Benzol etwa 14% (*B*) des Öls in Form von aromatischen Verbindungen herausgelöst und mit Äthanol der Rest, welcher wieder nichtaromatischer Natur war. Die UV-Spektren deuteten darauf hin, daß *A* hauptsächlich benzol- und naphthalinartige, *B* vorwiegend phenanthrenartige und hochkondensierte aromatische Bestandteile enthielt. Zur weiteren Auftrennung wurden *A* und *B* in einer Aluminiumoxydsäule mit Isooctan und Benzol und Mischungen von beiden unterfraktioniert. Die zahlreichen Fraktionen konnten durch Ultraviolettabsorptionsmessung und Massenspektroskopie wenigstens nach den in ihnen enthaltenen Verbindungstypen identifiziert werden. Es wurden dabei Kohlenwasserstoffe von der Zusammensetzung C_nH_{2n-6}—C_nH_{2n-18} (aromatische und hydroaromatische Ringe aneinander kondensiert) und Kohlenwasserstoffe mit einkondensierten Thiophenkernen festgestellt. F. NEUMANN

Kleine Mengen Kupfer in Mineralölen lassen sich nach C. E. S. HACKETT[2] unter Umgehung der umständlichen und verlustreichen Veraschung durch Extraktion mit alkoholischer Salzsäure und weiterer Extraktion des Cu- Komplexes mit 2,2′-Dichinolyl (Cuproin)[3] in Chloroform colorimetrisch bestimmen. Gute Resultate werden für Kupfergehalte von 100 μg—10 μg erhalten. Das BEERsche Gesetz ist erfüllt. Etwaige Öltrübungen in den Extrakten können vor der Extinktionsmessung durch Zugabe geringer Benzolmengen behoben werden. Um dickflüssige Öle besser zu extrahieren wird Petroläther zugegeben. — *Ausführung.* 10—100 g des zu prüfenden Öls werden nach dem Verdünnen mit dem gleichen Volumen Petroläther zweimal mit je 10 ml 10%iger Salzsäure ausgeschüttelt. Um die salzsaure Phase quantitativ zu gewinnen, wäscht man die organische Phase anschließend mit 10 ml Äthylalkohol. Die vereinigten Extrakte werden mit je 10 ml 30%iger Natriumacetat- und 10%iger Hydroxylaminhydrochloridlösung durchgeschüttelt, mit 5 ml 0,10%iger alkoholischer Cuproinlösung versetzt, wieder durchgeschüttelt und dann nacheinander mit 10 und 5 ml Chloroform extrahiert. Nach Auffüllen der vereinigten Chloroformextrakte mit Äthanol auf 50 ml mißt man die Absorption mit Gelbgrünfilter (Ilford-Spektrum Gelbgrün Nr. 605). Die Auswertung erfolgt an Hand einer gleichartig mit $CuCl_2$-Lösung (10 μg Cu/ml) gewonnenen Eichkurve. Außerdem sind Blindwertbestimmungen notwendig, um Fehler durch einen etwaigen Cu-Gehalt der Reagentien auszuschalten. R. HELMERS

[1] Analyt. Chemistry **26**, 1719—1722 (1954). Humble Oil & Refining Co., Baytown, Tex. (USA).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **12**, 358—362 (1955). The British Thomson-Houston Co., Ltd. Rugby (England).

[3] HOSTE, J., u. Mitarb.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **4**, 23 (1950); **9**, 263 (1953); vgl. diese Z. **134**, 201 (1951/52); **142**, 374 (1954).

Zur Bestimmung von Blei in Mineralschmierölen bzw. in den als Zusätzen benutzten Verbindungen (*Bleinaphthenat*) empfiehlt G. Bionda[1] die Titration mit *Dinatriumäthylendiamintetraacetat* (Komplexon III). — *Ausführung.* Man wägt von den konzentrierten Zusätzen 0,2—0,4 g, von den ungebrauchten Ölen 2—3 g, von den gebrauchten 10 g ein und befreit, wenn notwendig, durch Filtrieren oder Zentrifugieren von suspendierten oder groben festen Teilchen. Die Einwaage wird hierauf in einem 100 ml-Kolben mit 15 ml Eisessig versetzt und 15—30 min unter Rückfluß auf direkter Flamme erhitzt. Naphthenate löst man zweckmäßig zuerst in Äther und bringt diese Lösung in den Kolben. Nach dem Auskühlen überträgt man die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben und füllt mit 10%iger Natriumacetatlösung unter Ausschluß der öligen Schicht zur Marke auf. Man filtriert durch ein trockenes Filter, entfernt die ersten 5—15 ml Filtrat und entnimmt dann einen aliquoten Teil, der auf dem Wasserbade zur Verjagung der Essigsäure eingeengt wird. Man fügt einige Zentigramme fester Weinsäure zu, neutralisiert mit 3 n Ammoniak gegen 1 Tr. Methylrotlösung und verfährt zur Titration mit 0,01 m Komplexonlösung nach der Arbeitsvorschrift von H. Flaschka[2]. Die Resultate sind nach den Erfahrungen des Verf. ausgezeichnet. H. Freytag

Bestimmung von elementarem Schwefel in Benzin durch den Sommer-*Test.* Zu verschiedenen Punkten von hierauf bezüglichen Veröffentlichungen von A. Albert[3] bemerkt G. E. Mapstone[4] folgendes. Abnahme des freien Schwefels beim Rühren der Proben mit Plumbitlösung kann nach Albert auf die gemeinsame Wirkung von Alkali und Sauerstoff zurückzuführen sein. — Beim Destillieren von Benzin könnte elementarer Schwefel mit Kohlenwasserstoffen Schwefelwasserstoff bilden, welcher durch Luftoxydation wieder elementaren Schwefel im Destillat ergibt. — Störung des Sommer-Testes durch Cyclohexan kann auf Peroxydverunreinigungen des Cyclohexans beruhen. — In Natriumhydrogensulfitlösung kann elementarer Schwefel unter Thiosulfatbildung verschwinden. — Obwohl das Versagen des Sommer-Testes bei Benzin, welches mit Hypochlorit gesüßt war, bisher nicht zu erklären ist, kann die Reaktion doch zum Nachweis mit Hypochlorit gesüßter Benzine dienen. F. Neumann

Die Schwefelbestimmung in flüchtigen Kohlenwasserstoffgemischen nach der Lampenmethode führt E. R. Quiram[5] durch, indem er die entstandene Schwefelsäure konduktometrisch titriert. Zur Durchführung der Bestimmung wird ein besonderer Absorber konstruiert, der auch zur Leitfähigkeitstitration dient. Die Verbrennung selbst geschieht in dem bereits früher beschriebenen Apparat[6]. Die gewonnenen Werte stimmen sehr gut mit den nach konventionellen nephelometrischen und gravimetrischen Verfahren erhaltenen überein. Acht Bestimmungen lassen sich mit acht gleichen Apparaturen in etwa 3 Std ausführen. Als geeignetes Verbrennungsgemisch erwies sich eines aus 65% Kohlendioxyd und 35% Sauerstoff, mit dem 3—5 g Probe binnen 1 Std verbrannt werden können. Dies gilt für Kohlenwasserstoffe (Isooctan) vom Aliphatentyp; die vom Aromatentyp (Benzol) verbrennen besser mit einem Gemisch aus 77% Kohlendioxyd und 23% Sauerstoff. Je geringer der Sauerstoffgehalt ist, desto langsamer erfolgt die Verbrennung. Halogen und

[1] Atti Accad. Sci. Torino **88**, 195—198 (1954). Univ. Turin (Italien).

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 38, 315 (1952); vgl. diese Z. **137**, 453 (1952/53); **138**, 272 (1953).

[3] Erdöl u. Kohle **7**, 289, 827 (1954); vgl. diese Z. **144**, 311 (1955); **147**, 381 (1955).

[4] Erdöl u. Kohle **8**, 174—175 (1955). Boksburg-North, Transvaal (S.-Afr. Union).

[5] Analyt. Chemistry **27**, 274—277 (1955). Standard Oil Development Co., Linden, N. J. (USA).

[6] Amer. Soc. Testing Materials, D 1266—53 T; D 90—50 T.

Stickstoff in den Proben stören die konduktometrische Ermittlung, da sich saure Oxyde bilden. Aldehyde, die bei unvollständiger Verbrennung des Benzins entstehen, stören, da sich in der Wasserstoffperoxydlösung aus ihnen Säuren bilden. Ketone stören nicht. — Wegen der Einzelheiten der Durchführung der Bestimmung sei auf das Original verwiesen. H. Freytag

R. N. McCoy und F. T. Weiss[1] vervollkommnen das Verfahren zur *Bestimmung der verschiedenen Arten der Schwefelbindungen in Erdölfraktionen*, das bisher nur für niedrig siedende Destillate wie Benzin voll anwendbar war, dadurch, daß sie als neue Bestimmungsmethobe die Zersetzung bei 450° C im N_2-Strom über Bauxit oder Aluminiumoxyd als Katalysator einführen. Der nicht thiophenartig gebundene Schwefel geht dabei zu 90—95% in Schwefelwasserstoff über und kann durch Titration in der Vorlage bestimmt werden. Der Thiophenschwefel wird als Differenz zu dem Gesamtschwefelgehalt der Probe berechnet. Diese Unterscheidung in Verbindung mit den bekannten Methoden zur Bestimmung von elementarem Schwefelwasserstoff, Mercaptanen und Disulfiden erlaubt die Gruppenschwefelanalyse an schwereren Erdölfraktionen als bisher. Die Methode wurde an einer großen Anzahl verschiedener Fraktionen angewandt, so an leichten und schweren Destillaten, Schmierölen, Rückständen und Schieferöl. — *Ausführung.* Der Katalysator, bestehend aus Aluminiumoxydplätzchen von etwa 3 mm ⌀, wird in ein senkrecht stehendes Rohr (220 × 18 mm) aus Borsilicatglas 100—120 mm hoch eingefüllt. Das Rohr verjüngt sich am unteren Ende zu einer 150 mm langen Röhre von 5 mm ⌀, die in das erste, mit Äthanol beschickte Absorptionsgefäß eintaucht. Eine zweite anschließende Vorlage enthält luftfreie 4%ige Natronlauge. Man heizt das Katalysatorrohr in einem Röhrenofen auf 450° ± 10° C, tropft die 2—10 mg Nichtthiophenschwefel enthaltende Probe auf den Katalysator, verschließt das Rohr sofort mit dem Schliffaufsatz, durch den man sauerstofffreien Stickstoff mit der Geschwindigkeit von 3—5 Blasen/sec einleitet. Nach 30 min nimmt man den Apparat auseinander, versetzt die Lösung im ersten Absorber, die hauptsächlich Spuren von Mercaptanschwefel enthält, mit 100 ml alkoholischer 0,1 n Natriumacetatlösung, die Lösung im zweiten Absorber mit 1 ml Ammoniaklösung und titriert beide unter möglichstem Luftausschluß potentiometrisch mit 0,01 n bzw. 0,1 n $AgNO_3$-Lösung. Der Nichthiophenschwefel wird aus der gefundenen Summe Schwefelwasserstoff und Mercaptanschwefel berechnet.

Ein Verfahren zur Bestimmung der Aromaten in den Erdölfraktionen 215—315° C durch Adsorptionsanalyse an Aluminiumoxyd wird von C. M. McKinney und R. L. Hopkins[2] beschrieben. Das Verfahren gestattet, die aromatischen Anteile in vornehmlich monocyclische und vornehmlich polycyclische Fraktionen aufzuteilen, deren prozentuale Zusammensetzung in Beziehung zu deren „smoke point“[3] gesetzt wurden. 11 verschiedene Destillate wurden untersucht. Die Dichten und Refraktionsindices einiger aromatischer Kohlenwasserstoffe, die im untersuchten Destillationsbereich angetroffen werden könnten, wurden zum Vergleich zu den Daten gegeben, die an Fraktionen der Adsorptionsanalyse gefunden wurden. Die Genauigkeit der Bestimmung polycyclischer Aromaten in schwefelarmen Destillaten wird zu ± 3%

[1] Analyt. Chemistry **26**, 1928—1933 (1954). Shell Development Co., Emeryville, Calif. (USA).

[2] Analyt. Chemistry **26**, 1460—1465 (1954). Burcan of Mines, Petrol. Exper. Station, Bartlesville, Okla. (USA).

[3] A.S.T.M. Com. D-2 Technical Com. J, Philadelphia, Pa. „Development of a Smoke Lamp Test Method for Use in the Studies of Carbon Deposition in Turbo-Jet Combustors“, 1953.

des Gehaltes an polycyclischen Aromaten im aromatischen Konzentrat angenommen. Eine Fehlerquelle sind Schwefelverbindungen. „Smoke point"-Bestimmungen an Mischungen der mono- und polycyclischen Aromaten mit Destillaten, aus denen sie abgetrennt worden waren, zeigen, daß die polycyclischen minderwertiger in den Brenneigenschaften sind. R. Helmers

Die Bestimmung von Benzo-(α)-pyren (BP) in Rückständen der Petroleumcrackung wird nach R. Tye, M. J. Graf und A. W. Horton[1] in zwei Arbeitsgängen durchgeführt. Zunächst destilliert man das Analysenmaterial im Vakuum bei 0,5 mm Hg. Das zwischen 205° und 275° C übergehende Destillat chromatographiert man über eine Al_2O_3-Säule und sammelt die Fraktionen, die die für BP charakteristische UV-Absorption zeigen. Ein Teil dieser angereicherten Probe wird jodiert, indem man sie in Benzollösung gemeinsam mit Jod durch eine Kolonne mit aktiviertem Al_2O_3 laufen läßt. Dann wird die UV-Absorptionskurve der jodierten und der nichtjodierten Probe aufgenommen und verglichen. Aus den Differenzen der Extinktionen kann der Gehalt an BP ermittelt werden, wobei die praktische Erfassungsgrenze bei 0,01 mg BP liegt. Bei Analysenmaterial mit etwa 0,01% BP beträgt der Fehler ± 20%, bei 0,1% geht er auf ± 10%, bei 0,5% BP auf ± 5% zurück. Die ausführliche und umfangreiche Beschreibung der Methodik mit Diagrammen der UV-Absorption von BP wolle im Original eingesehen werden. K. Söllner

Rohes Schieferöl läßt sich nach C. Karr jr., W. D. Weatherford jr., T. R. Kendrick III und R. G. Capell[2] durch Elutionschromatographie an aktiviertem Aluminiumoxyd oder Bauxit fraktionieren. Man bringt das Rohöl, im Verhältnis 6:10 Vol mit Cyclohexan verdünnt, auf eine Säule auf, welche etwa 70 ml Adsorptionsmittel enthält, und eluiert mit je ungefähr 130 ml verschiedener Lösungsmittel (n-Pentan, rein oder mit 5% Alkohol, Benzol rein oder mit 25% Alkohol, Tetrachlorkohlenstoff). Das Lösungsmittel verdunstet man bei Zimmertemperatur durch einen Strom von Luft oder inertem Gas. Man erhält auf diese Weise in hoher Ausbeute von 40—45% des Rohöls farblose oder gelbe Anfangsfraktionen, welche keinen Stickstoff und sehr wenig Schwefel enthalten, angenehm riechen und nicht nachdunkeln. Der halbfeste Rückstand aus dem letzten Eluat ist besonders reich an Stickstoff und Schwefel. Nach Ansicht der Verfasser müßte sich das Verfahren zu einer analytischen Methode ausbauen lassen. F. Neumann

Die Bestimmung des n-Paraffingehaltes in Vaseline führte R. Reiss[3] mit Hilfe der Paraffin-Harnstoff-Einschlußverbindungen nach dem Verfahren von W. Hessler und G. Meinhardt[4] in der von W. Presting und R. Boenke[5] beschriebenen Ausführung durch. Zum Vergleich wurden auch einige Proben nach der verbesserten Methode von W. Hessler und G. Meinhardt[6] untersucht, die durch mehrfaches Umfällen vollständigere Trennung zwischen n-Paraffinen sowie Iso- und Ringparaffinen erreicht und daher etwas niedrigere n-Paraffingehalte ergab. Für routinemäßige Untersuchungen von Handelsvaseline wird jedoch die erstgenannte Methode (mit nur einer Fällung) als durchaus befriedigend bezeichnet. Dabei läßt sich ein relativer Fehler von höchstens ± 1% einhalten, wenn man die Arbeitsvorschrift genau befolgt und besonders darauf achtet, daß bei der Fällung kein Verdampfungsverlust eintritt. Der Gebrauchswert einer Vaseline ist nach dem Verf. durch

[1] Analyt. Chemistry **27**, 248—253 (1955). Univ. Cincinnati, Ohio (USA).
[2] Analyt. Chemistry **26**, 1841—1843 (1954). Mellon Inst. Pittsburgh, Pa. (USA).
[3] Fette u. Seifen, **57**, 8—11 (1955). Fa. Byk-Gulden Lomberg, Konstanz.
[4] Fette u. Seifen **55**, 441 (1953); vgl. diese Z. **144**, 68 (1955).
[5] Pharmazie **9**, 562 (1954); vgl. diese Z. **144**, 441 (1955).
[6] Fette u. Seifen **55**, 855 (1953); vgl. diese Z. **144**, 69 (1955).

Kettenlänge der n- und Isoparaffine, Art der Verzweigung der Isoparaffine sowie Gehalt an Ringparaffinen, jedoch nur untergeordnet durch den n-Paraffingehalt bedingt. F. SCHÄRTL

Eine neue Paraffin-Bestimmungsmethode von Wachsen und Wachsverschnitten beschreiben G. SPENGLER und E. WÖLLNER[1]. Die Methode beruht auf der Eigenschaft entwässerten Silicagels, Säuren, Alkohole, Ester, Lactone usw. quantitativ und mit CS_2 unauswaschbar zu adsorbieren, Paraffine laufen zu 99—100% hindurch. An Hand von Kurven werden die Abhängigkeiten: Anfangskonzentration auf die Refraktion bei verschiedenen Paraffinen, Anfangskonzentration auf die Refraktion von Ozokerit, Säulenlänge auf die Refraktion und Lösungsmittelmenge auf die Refraktion untersucht und die optimalen Bedingungen ermittelt. Nach der vorgeschlagenen Vorschrift wird das Wachs (0,2—0,5 g) in 25 bis 50 ml CS_2 gelöst, die Lösung durch die Säule geschickt, 20—30 Tropfen/min mit 50 ml CS_2 nachgespült und das Filtrat zur Gravimetrie eingedunstet.
R. HELMERS

Mischungen von β- und γ-Picolin, sowie 2,6-Lutidin und 2-Äthylpyridin in rohen und gereinigten Teerbasenfraktionen können nach dem Verfahren von E. A. COULSON und J. L. HALES[2] mittels Ultrarotspektroskopie bestimmt werden, wobei Pyridin, α-Picolin, 2,6-Lutidin und 2-Äthylpyridin sich nicht gegenseitig stören wie bei der Bestimmung durch UV-Absorption. Das Ultrarotverfahren hat allerdings den Nachteil, daß wäßrige oder alkoholische Lösungen nicht direkt untersucht werden können. Als Lösungsmittel dient Cyclohexan (1 g Substanz in 100 ml). Man benützt ein Spektrometer mit Steinsalzprisma (z. B. Hilger D 209) und eine Zelle von 0,516 mm Schichtdicke; als Abschirmung gegen Streulicht dient eine 10%ige Lösung von CCl_4 in Cyclohexan. Die zur Messung verwendeten Frequenzen sind: für β-Picolin 784 cm^{-1}, für γ-Picolin 794 cm^{-1}, für 2,6-Lutidin 770 cm^{-1}, für 2-Äthylpyridin 745 cm^{-1}. Pyridin und α-Picolin können gemeinsam bei 750 cm^{-1} bestimmt werden. Die Eichkurven (optische Dichte gegen die Konzentration) sind Gerade. Die Bestimmungsfehler betragen wenige Prozente (relativ).
H. ZELLNER

E. KNOBLOCH[3] empfiehlt ebenfalls die Ultrarotspektroskopie zur Analyse des Gemisches von *α-, β-, γ-Picolin, 2,6-Lutidin und 2-Äthylpyridin in der β-Picolinfraktion* (140—145° C) *der Pyridinbasen*. Die Genauigkeit beträgt ungefähr $\pm$ 2%. Zur Bestimmung wurden ausgewählt für β-Picolin die isolierte Absorptionsbande bei 710 cm^{-1}, für α-Picolin und 2-Äthylpyridin die gemeinsamen Banden bei 749 cm^{-1} und 1152 cm^{-1}, für 2,6-Lutidin die 772 cm^{-1}-Bande und für γ-Picolin die bei 795 cm^{-1}. Die Messungen wurden in 5—10%igen Lösungen in Cyclohexan bei 0,025 mm Schichtdicke im Perkin Elmer-Spektrometer, Modell 12 B mit NaCl-Prisma ausgeführt. Für die einzelnen reinen Produkte wurden Eichkurven und die tatsächlichen Extinktionskoeffizienten ermittelt. Im angegebenen Konzentrationsbereich ist das BEER-LAMBERTsche Gesetz gewahrt. Zur Berechnung dienen folgende Gleichungen:
$A_{710} = 0{,}097\, c_\beta$; $A_{772} = 0{,}115\, c_l + 0{,}0068\, c_\beta$; $A_{795} = 0{,}127\, c_\gamma + 0{,}0166\, c_\beta$; $A_{749} = 0{,}150\, c_\alpha + 0{,}0154\, c_e + 0{,}0024\, c_l$ und $A_{1152} = 0{,}013\, c_\alpha + 0{,}0087\, c_e + 0{,}004\, c_l + 0{,}0015\, c_\beta$. Zur Analyse genügt die Messung der Extinktionswerte im Bereich

[1] Fette u. Seifen **57**, 5—8 (1955).

[2] Analyst (London) **78**, 114—117 (1953). Chem. Res. Lab., Teddington, Middlesex (England).

[3] Chem. Listy **49**, 263—271 (1955) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. Pharm. Biochem. (Prag).

von 680—720 cm^{-1}, 730—830 cm^{-1} und 1120—1170 cm^{-1}. c_β, die β-Picolinkonzentration, erhält man direkt aus der Extinktion bei 710 cm^{-1}. c_α, c_γ, c_l und c_c sind die Konzentrationen von α- und γ-Picolin, 2,6-Lutidin und 2-Äthylpyridin, die sich nach Einsetzen von c_β in die 2., 3. und 5. Gleichung leicht berechnen lassen.

H. Freytag

Zur Ölbestimmung in Ölsaat beschreibt S. Troëng[1] eine Methode, nach der die Ölsaat gleichzeitig in einer Stahlkugelmühle gemahlen und mit einer bestimmten Menge Leichtbenzin (96—100° C) extrahiert wird. Die Lösung wird zentrifugiert (im selben Gefäß) und der Ölgehalt in der Benzinlösung nach dem Eindunsten ($2^1/_2$ Std bei 100° C) gravimetrisch bestimmt. Die Werte stehen in guter Übereinstimmung mit den theoretischen und Twisselmann-Extraktionen; Soxhlet-Werte sind wegen Unvollständigkeit der Extraktion etwas zu niedrig. Die Fehler bei Ausführung jeweils einer Bestimmung liegen innerhalb 0,30%, einer Doppelbestimmung innerhalb 0,27% Ölgehalt. Der Unterschied zu den alten Extraktionsbestimmungen übersteigt nicht 0,28% Ölgehalt. R. Helmers

Zur Bestimmung der Stabilität pflanzlicher Öle gegen das Ranzigwerden empfiehlt M. J. Golden[2] ein colorimetrisches Verfahren, das auf dem bereits früher angegebenen qualitativen Peroxydtest beruht[3]. Bei diesem dient farblose Eisen(II)-rhodanidlösung als Reagens und man beurteilt die entstandene Rotfärbung. Quantitative Messungen sind in wäßriger Phase wegen der auftretenden Trübung nicht möglich, dagegen eignet sich, wie der Verf. jetzt fand, ein Gemisch von Mineralöl (Nr. 10) mit 25% Äthyläther sehr gut als Lösungsmittel. Die Lösung wird in wenigen Sekunden klar, so daß die Farbmessung alsbald erfolgen kann. — *Reagens.* Man löst 2 g Eisen(II)-sulfat unter Zusatz von 2 ml konz. Schwefelsäure in 100 ml Wasser, fügt 200 ml Aceton, 100 ml 2%ige wäßrige Ammoniumrhodanidlösung, 0,2 g Eisenpulver und etwas Eisendraht hinzu und erhitzt auf dem Dampfbad am Rückflußkühler bis zum Verschwinden der roten Farbe (etwa 2 Std lang). Die Lösung ist unter CO_2 1—2 Tage haltbar, wird aber besser immer frisch hergestellt. — *Bestimmung.* 0,1 ml (etwa 0,092 g) der Ölprobe werden in der Küvette des Colorimeters mit 5 ml der Äther-Mineralölmischung versetzt. Man verdrängt die Luft durch Kohlendioxyd, füllt mit der Reagenslösung bis zu der bei 12 ml angebrachten Marke auf, schließt die Küvette und schüttelt 30 sec von Hand. Innerhalb 1 min trennt sich die untere rosa bis tiefrot gefärbte Schicht von der Ölschicht. Man mißt die untere Schicht bei 560 mμ gegen eine Blindlösung. Die Eichkurve, die eine Gerade ist, wird mit H_2O_2-Lösungen von bekanntem Gehalt unter den gleichen Bedingungen hergestellt. Die Ergebnisse werden als Milligramm Peroxydsauerstoff je Kilogramm Öl ausgedrückt. Sie lassen sich mit den Stabilitätsbestimmungen nach Swift in Einklang bringen. E. Baertich

Bestimmung der Fettzusammensetzung. R. W. Riemenschneider[1] gibt einen Überblick über die Methoden, nach denen die Zusammensetzungen von Fetten beurteilt, und nach denen quantitative Aussagen über die Anteile der einzelnen üblichen Fettsäuren gemacht werden können. So werden erwähnt: Jod-, Verseifungs- und Rhodan-Zahl, Refraktionsindex, Unverseifbares, Säurezahl, Schmelzpunkt u. a.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **32**, 124—126 (1955). The Swedish Seed Assoc., Svalöv (Schweden).

[2] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 545—547 (1953). McKesson & Robbins, Inc., Bridgeport, Conn. (USA).

[3] Golden, M. J.: J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **40**, 119 (1951).

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **31**, 517—523 (1954). East. Region. Res. Lab., Philadelphia, Pa. (USA).

In einfachen Mischungen von Fettsäuren oder ihrer Methylester, wie sie durch Destillation erhalten werden, kann die Jodzahl zur Berechnung der einzelnen Fettsäureanteile herangezogen werden. So wird ein Beispiel zur Berechnung an einer Mischung von Methylestern von Ölsäure, Linolsäure und gesättigten Fettsäuren gegeben. Die Verseifungszahl erlaubt die Bestimmung der einzelnen gesättigten Fettsäuren. Zur UV-spektrophotometrischen Bestimmung werden die natürlich als nicht konjugiert vorkommenden Fettsäuren mit Alkali zu konjugierten isomerisiert:

$$R{-}CH{=}CH{-}CH_2{-}CH{=}CH{-}R' \xrightarrow{KOH} R{-}CH{-}CH{-}CH{=}CH{-}CH{-}CH_2{-}R'$$

und erhalten dadurch ein gut unterteiltes Spektrum in 200—400 mμ. Abgebildet werden 4 UV-Absorptionskurven isomerisierter Fettsäuren, die charakteristische Maxima zeigen. Die Isomerisierung ist von den angewandten Bedingungen stark abhängig; diese müssen deshalb eingehalten werden, um die Reproduzierbarkeit zu erhalten. Für bestimmte Öle, wie Fischöl und Lebertran ist die spektrophotometrische Methode nicht anwendbar, weil sie aus einer zu komplexen Mischung der verschiedenen, vielfach ungesättigten Säuren bestehen. Hydrierte Fette lassen sich ebenfalls nicht spektrophotometrisch bestimmen, da sie einer geometrischen Isomerisierung während des katalytischen Vorgangs unterworfen waren. Für kompliziert zusammengesetzte Fette wird die vorangehende fraktionierte Destillation der Methylester vorgeschlagen. Chromatographie scheint eine vielversprechende Anwendung finden zu können. Die UR-Spektroskopie zur Fettanalyse ist noch in der Entwicklung; sie wird zur Bestimmung geometrischer Isomerie und zur Bestimmung oxydierter Gruppen herangezogen, die sich bei der Öltrocknung gebildet haben. Zur Untersuchung der Glyceridzusammensetzung werden hauptsächlich die Oxydations- und die Kristallisationsmethode erwähnt. Nach der ersten wird das Glycerid mit $KMnO_4$ in Aceton oxydiert, und dann die unveränderten, gesättigten Säuren bestimmt, nach der zweiten unterwirft man die Probe einer fraktionierten Kristallisation und untersucht die Fraktionen. Die Bestimmungen zur Glyceridverteilung können ergänzt werden durch Röntgendiagramme. R. Helmers

Über die Anwendung der UV-Spektrophotometrie auf die Analyse von Fetten und Abkömmlingen gibt S. F. Herb[1] einen Überblick und erörtert die verschiedenen Fehlerquellen, besonders den Fehler, der durch die Spaltbreite hervorgerufen wird, wobei eine Überlappung der Absorptionskurven auftreten kann. Zur Vermeidung der Fehler schlägt der Verf. vor, die Extinktionskoeffizienten der Eichsubstanzen bei den Spaltöffnungen zu bestimmen, die eine größtmögliche Extinktion ergeben. Weiter werden Alkali-Isomerisierungsmethoden verschiedener Autoren besprochen und gezeigt, wie die Isomerisierung von den Bedingungen abhängt. Die Bedeutung der verschiedenen Methoden für die Analyse der mehrfach ungesättigten Fettsäuren wird eingehend behandelt. Für die Berechnung der einzelnen Anteile wird gezeigt, wie wichtig als Voraussetzung die Kenntnis der Extinktionskoeffizienten aller zugrundeliegenden Säuren ist, wenn Trugschlüsse vermieden werden sollen. Wegen der vorkommenden vielen Isomeren und der Unkenntnis ihrer Konstanten sind die photometrischen Methoden auf Fischöle nicht anwendbar. Viele trocknende Öle enthalten Säuren mit ausgeprägten Maxima, die für die Spektrophotometrie bald ausgewertet sein werden. R. Helmers

Eine Identifizierung von Fetten durch Fraktionierung ihrer Fettsäuren als Harnstoff-Einschlußverbindungen versucht W. F. Shipe[2]. Hierzu verseift man zunächst das Fett (1 g) mit alkoholischer Kalilauge, dampft den Alkohol ab, säuert mit

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **32**, 153—158 (1955). Eastern Regional Res. Lab., Philadelphia, Pennsylv. (USA).

[2] J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 156–165 (1955). Cornell Univ., Ithaca, N.Y.

Schwefelsäure an und extrahiert die Fettsäuren mit 15 ml Petroläther. 2 ml Petrolätherlösung dampft man zur Trockne und bestimmt den Brechungsindex der zurückbleibenden Fettsäuremischung (A). Weitere 5 ml Petrolätherlösung läßt man ebenfalls eindampfen, versetzt den Rückstand mit 10 ml 10%iger Harnstofflösung in Methanol, erwärmt, um eine sofort auftretende Fällung wieder zu lösen, und läßt durch Abkühlen auf 20° C unter wiederholtem Schütteln während 20 min kristallisieren. Man saugt von den Kristallen ab, fügt zum Filtrat ein gleiches Volumen 20%ige Kochsalzlösung und extrahiert die nicht vom Harnstoff eingeschlossenen Fettsäuren mit 10 ml Petroläther, verdampft diesen und bestimmt vom Rückstand den Brechungsindex (B). Die abgesaugten und mit Petroläther gewaschenen Kristalle der Harnstoff-Einschlußverbindung zerlegt man mit Wasser, isoliert die Fettsäuren und bestimmt ebenfalls ihren Brechungsindex (C). Mit nochmals 5 ml vom ersten Petrolätherextrakt wiederholt man die Aufteilung, aber mit 20%iger statt mit 10%iger Harnstoff-Methanollösung. Da manche Fettsäuren (z. B. die aus Butter) einen verhältnismäßig hohen Schmelzpunkt besitzen, bestimmt man die Brechungsexponenten am besten bei 50° C. Die Veränderung des Brechungsexponenten durch die Fraktionierung ist für jedes Fett charakteristisch. Man kann auf diese Weise z. B. eine Verfälschung von Butter durch andere Fette erkennen. F. Neumann

Für die Bestimmung von Zink und Calcium in Stearaten empfiehlt G. Bionda[1] *die komplexometrische Titration. — Zinkstearat.* Man behandelt 0,2—0,3 g mit etwa 30 ml einer Lösung von 10 g Kaliumhydroxyd in 35 ml Äthanol und 65 ml Wasser in der Kälte. Die Hydrolyse ist in einigen Minuten vollständig. Man füllt mit Wasser auf 200 ml auf. Die Lösung ist opalescent oder trübe, wird aber durch Erwärmen auf 35—40° C klar. Zu einem aliquoten Teil der klaren Flüssigkeit (50—100 ml), fügt man einige Milliliter verdünntes Ammoniak, etwa 15 ml Pufferlösung und Eriochromschwarz T-Indicator und titriert in bekannter Art mit 0,1 oder 0,01 m Komplexon III-lösung. — *Calciumstearat.* 0,15—0,35 g Probe wird wie oben mit 35—50 ml Lauge behandelt. Dabei bildet sich Calciumhydroxyd, das die Lösung trübt. Durch Ansäuern bringt man das Calciumhydroxyd in Lösung, aber freie Stearinsäure scheidet sich ab. Man filtriert, wäscht den Filterrückstand und verdünnt das Filtrat auf 300 ml mit Wasser. Einen aliquoten Teil davon verdünnt man mit Wasser auf 100 ml, fügt 3—8 ml 30%ige Natronlauge und 6 Tropfen 0,5%ige wäßrige Murexidlösung zu und titriert mit 0,1 ml KomplexonIII-lösung bis zum Umschlag von Rosa nach Violett. Die nach beiden Methoden gewonnenen Werte stimmen sehr gut mit den theoretischen überein. H. Freytag

Die Anwendbarkeit der Perjodat-Methode in der Glycerinanalyse wurde von A. Hintermaier[2] im Vergleich mit den üblichen Standardmethoden geprüft. Die genauesten Werte, aber bei recht umständlicher Arbeitsweise liefert das Verfahren der American Oil Chemists' Society[3]. Als gut brauchbar erwiesen sich auch die Schnellmethoden von L. Hartman[4] sowie I. G. Resnikow und E. L. Farber[5]. Die Perjodatmethoden sind für Glycerin weitgehend spezifisch, besonders gilt dies für das acidimetrische Verfahren, das auf der Titration des Oxydationsproduktes Ameisensäure beruht. Glykole geben hier den Wert Null. Auch Polyglycerin gibt

[1] Atti Accad. Sci. Torino 88, 384—386 (1954). Univ. Turin (Italien).
[2] Fette u. Seifen **57**, 11—14 (1955). Fa.: Henkel & Cie., Düsseldorf.
[3] AOCS Official Method Ea 6—51 (1954).
[4] J. appl. Chem. **3**, 308 (1953).
[5] Chem. Zbl. **125**, 8009 (1954); Maclob.-Žir. Prom. (Öl- u. Fett-Ind.) **18**, Nr. 5, 13 (1953).

keine Ameisensäure, so daß man Glycerin neben diesen Stoffen bestimmen kann. – *Arbeitsvorschriften. Acidimetrische Methode nach* HARTMAN. Das Perjodatreagens wird hergestellt, indem man 240 ml carbonatfreie 1 n Kalilauge mit Wasser auf 800 ml verdünnt, darin 46 g Kaliumperjodat löst und auf 1000 ml auffüllt. Die Lösung ist mehrere Monate unverändert haltbar. — *Bestimmung.* Man verdünnt die 0,4 g Reinglycerin entsprechende Probe mit Wasser auf 50 ml und versetzt mit genau gemessenen 25 ml 0,5 n Schwefelsäure und 50 ml Reagenslösung. Nach 5 min gibt man 10 ml 50%ige wäßrige Propylenglykollösung zu und titriert mit 0,1 n Natronlauge gegen Bromkresolpurpur als Indicator. Vom Verbrauch ist der Reagensblindwert abzuziehen, der unter den gleichen Bedingungen, jedoch ohne Probe, festgestellt wird. — *Jodometrische Methode nach* RESNIKOW. Man füllt die 0,3—0,4 g Glycerin entsprechende Einwaage mit Wasser auf 500 ml auf, versetzt 25 ml davon mit 25 ml Perjodatlösung (5,3 g KJO_4 + 100 ml 1 n Schwefelsäure im Liter), läßt 10 min stehen, gibt dann 20 ml 10%ige Kaliumjodidlösung, 20 ml 20%ige Salzsäure und 100 ml Wasser zu und titriert das freigewordene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung. Nach Abzug des unter gleichen Bedingungen festgestellten Blindwertes entspricht 1 ml 0,1 n Thiosulfatlösung 2,30 mg Glycerin. H. FREYTAG

Die Bestimmung von Trimethylenglykol in rohem Glycerin gründen W. LAZARUS und T. H. NEWLOVE[1] auf die Tatsache, daß Trimethylenglykol zum Unterschied von Glycerin nicht mit Natriummetaperjodat reagiert. Man destilliert 100 g des rohen Glycerins unter vermindertem Druck (15—30 mm Hg), bis ungefähr 30% übergegangen sind. Das Glycerin im Destillat wird nach der Perjodatmethode[2], das Wasser nach K. FISCHER und das Trimethylenglykol als Differenz zu 100 bestimmt. Die neue Methode erzielt befriedigende Ergebnisse mit einer Reihe technischer Produkte, wie Seifenlauge und rohen Verseifungsglycerinen; bei destillierten Glycerinen kann auf die neuerliche Destillation verzichtet werden. Die Methode kann auch zur Bestimmung von Stoffen im Glycerin mit ähnlicher Flüchtigkeit wie das Trimethylenglykol dienen. R. HELMERS

Die Bestimmung von Dibutylphthalat (DBP) in Treibladungen, die *Nitroglycerin* (NG) und *Nitrocellulose* enthalten, führt M. A. C. MULLALY[3] nach folgendem *Verfahren* durch: Eine Probe des fein zerkleinerten Analysenmaterials (z. B. Cordit), das etwa 1 g NG enthält, wird in einem Glassintertiegel G3 4 Std mit reinem Äthyläther extrahiert. Den Auszug, der das gesamte DBP und NG enthält, führt man in einen 250 ml-Erlenmeyer-Kolben über, entfernt den Äther mit einem Luftstrom und gibt auf den Trockenrückstand zur Zerstörung des Nitroglycerins 10 g wasserfreies Eisen(II)-chlorid, 60 ml Methanol, 15 ml konzentrierte Salzsäure und 15 ml dest. Wasser. Nach ¾stündigem Erhitzen auf dem Sandbad unter Rückfluß wird der Ansatz gekühlt, mit 100 ml Wasser verdünnt und in einem Scheidetrichter 3 min mit 150 ml Äther ausgeschüttelt. Nach Waschen mit 100 ml, dann mit 50 ml 5%iger Kaliumsulfatlösung dampft man den Äther in einem 250 ml-Kolben ab. Nun werden zwecks Verseifung des Dibutylphthalats genau 10 ml 0,4 n äthanolische Kaliumhydroxydlösung zugesetzt; nach ¾stündigem Erhitzen auf dem Sandbad unter Rückfluß wird mit 50 ml Wasser verdünnt und mit Thymolblau als Indicator mit 0,1 n Salzsäure auf Gelb zurücktitriert. Mit einem DBP-freien

[1] Analyst (London) **80**, 276—279 (1955). Unilever Ltd., Port Sunlight, Ches. (England).

[2] ERSKINE, J. W. B., C. R. N. STROUTS, G. WALLEY and W. LAZARUS: Analyst (London) **78**, 630 (1953); vgl. diese Z. **146**, 126 (1955).

[3] Analyst (London) **80**, 237—239 (1955). Roy. Ordnance Factory, Bishopton, Renfrewshire (England).

Cordit wird eine Parallelbestimmung durchgeführt. Die Differenz des Verbrauchs an 0,1 n Salzsäure ergibt den DBP-Gehalt (Äquivalentgewicht des DBP: 139,2). — In dem Sprengstoff etwa anwesendes Carbamit (Diäthyldiphenylharnstoff) stört die Analyse nicht. K. Söllner

Zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes von Nitrocellulose vergleicht P. Verschragen[1] mehrere gebräuchliche Methoden. Die höchsten Werte ergab die Methode von Schlösing, bei welcher das Nitrat mit stark saurer Eisen(II)-chloridlösung zu NO reduziert wird. Nur geringfügig zurück blieben dahinter die Werte nach einer Dewarda-Methode, wobei die Nitrocellulose zunächst aus Acetonlösung mit verdünntem Alkali ausgefällt und in der Wärme wieder gelöst wird. Wurde dagegen die Nitrocellulose unmittelbar in wasserstoffperoxydhaltigem Alkali gelöst, so waren die Ergebnisse noch etwas niedriger. Von allen geprüften Methoden ergaben die von Lunge (NO-Bildung nach dem Auflösen der Nitrocellulose in Schwefelsäure und Schütteln mit Quecksilber) und die von R. Leclerq und J. Mathé[2], bei welcher die Substanz in Schwefelsäure gelöst und das Nitrat mit Eisen(II)-sulfat reduziert wird, die niedrigsten Werte. Jede Methode für sich lieferte zwar gut reproduzierbare Ergebnisse, aber der Verf. gibt doch der von Schlösing den Vorzug, weil hier die Nitrocellulose direkt, d. h. ohne vorhergehende Lösung reduziert wird. Die Minderbefunde bei den anderen werden auf systematische Fehler zurückgeführt, welche z. B. nach seiner Ansicht bei dem Verfahren von Lunge und dem von Leclerq und Mathé beim Auflösen der Nitrocellulose in der konzentrierten Schwefelsäure auftreten. F. Neumann

Ein verbessertes Verfahren zur Bestimmung von Stickstoff in Nitrocellulose, desgleichen von Nitrocellulose und gebundenem Phthalat in Lacken veröffentlichten W. E. Shaefer und W. W. Becker[3]. Es ist dadurch gekennzeichnet, daß Nitrocellulose mit kochendem Eisessig, Bromwasserstoffsäure und Fe(II)-salz reduzierend gelöst wird und entstehendes äquivalentes Fe(III)-Ion mit Titan(III)-chloridlösung titriert wird. Nach diesem Verfahren kann auch Nitrocellulose in löslicher Form entfernt werden, die bei der Bestimmung von gebundenem Phthalat nach Kappelmeier stören würde. Die Lacke enthalten auch andere Stoffe, die die Anwendung der ursprünglichen Methode von Kappelmeier verhindern. Die Verff. empfehlen deshalb eine Abänderung des Verfahrens, die darin besteht, daß man zunächst das Kaliumphthalatalkoholat abscheidet und wägt, dann bis zum Verlust des Alkohols erhitzt und wieder wägt. Der Phthalatgehalt wird aus der Gewichtsdifferenz berechnet. — *Ausführung.* 1. *Stickstoffbestimmung in Nitrocellulose und Lacken.* Aus einem Reduktionskolben verdrängt man mit inertem Gas die atmosphärische Luft, bringt etwa 0,50 g der 1 Std bei 100—105° C getrockneten und genau gewogenen Nitrocellulose in den Kolben, versetzt mit 100 ml Eisessig und einigen Carborundumsiedesteinchen und erhitzt zum Sieden. Bevor die Essigsäuredämpfe die Flaschenöffnung erreichen, stellt man den magnetischen Rührer an, gibt schnell mittels einer Pipette mit abgebrochener Spitze 25 ml Eisenreagens zu (eine Lösung von 400 g $FeCl_2 \cdot 4\,H_2O$-Kristallen in 600 ml Wasser wird mit 80 ml 37%iger Salzsäure und 20 ml 40%iger Bromwasserstoffsäure versetzt und zu 1 l verdünnt. Durch 10—15 min langes Kochen mit etwas Eisenpulver sorgt man für Abwesenheit von Fe(III)-Ionen). Unter fortwährendem Durchleiten von

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **12**, 227—230 (1955). Koninkl. Nederl. Springstoffenfabrieken N.V., Ouderkerk/Amstel (Holland).

[2] Bull. Soc. chim. Belgique **60**, 296 (1951); vgl. diese Z. **136**, 395 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **25**, 1226—1251 (1953). Hercules Powder Co., Wilmington, Del. (USA).

Schutzgas bei aufgesetztem Kühler kocht man etwa 25—30 min bis zur Braunfärbung der Lösung. Nach Abkühlung fügt man 50 ml Wasser zu und titriert unter Sauerstoffausschluß und Rühren mit 0,4n Titan(III)-chloridlösung, bis 5 ml zugesetzte 20%ige Ammoniumrhodanidlösung durch Verschwinden der roten Farbe das Ende der Reaktion anzeigen. — Auch pigmentfreie Lacke können mit diesem Verfahren untersucht werden, wobei man eine etwa 0,25 g Nitrocellulose enthaltende Lackmenge zusammen mit 50 ml Portionen von Eisessig verwendet. Man rechnet mit einer Nitrocellulose mit 12% N-Gehalt. — Sind Pigmente (Eisen) vorhanden, so muß eine entsprechende Korrektur vorgenommen werden. Man bestimmt aus den abgeschleuderten und mit Aceton ausgewaschenen Eisenrückständen in 5 ml einer Suspension mit 100 ml Aceton den Fe-Gehalt mittels der Titanlösung, den man vom Gesamtverbrauch der Titanlösung abrechnet. — 2. *Bestimmung von Phthalaten in Lacken.* Bei einem Gehalt von ungefähr 0,25 g Phthalsäureanhydrid fügt man zur entsprechenden Lackmenge 50 ml heißen Eisessig mit einigen Carborundumsplittern. Man kocht, bis Essigsäuredämpfe zu entweichen beginnen, worauf man 5 g gepulvertes $FeCl_2$-Hydrat zugibt und die Mischung mit aufgesetztem Kühler 3—5 min kocht. Die abgekühlte Lösung wird, wie im Original ausführlich beschrieben, mit Methylenchlorid zum Ausziehen des Alkydharzes behandelt, zentrifugiert, der Methylenchloridextrakt zur Trockne verdampft. Der Rückstand wird mit 50 ml Benzol aufgenommen. Man fügt 150 ml frischgefilterter 0,6n alkoholischer Kalilauge zu und erhitzt die lose verstopfte Flasche 3 Std lang in einem Ofen auf 60—70° C. Aus der abgekühlten Lösung filtriert man den Niederschlag in einen Filtertiegel, wäscht mit Äther-Alkohol (1 : 1) und schließlich mit 25 ml Äther, läßt 1 Std lang bei 60° C trocknen und wägt. Dann erhitzt man bei 150° C 3 Std lang und wägt wieder. Aus der Differenz ergibt sich der Gehalt an Phthalsäureanhydrid durch Multiplikation mit dem theoretischen Faktor 3,215 und einem Korrektionsfaktor 1,052 für die unter den beschriebenen Bedingungen eintretenden Verluste. Sind Diglykolate in den Alkydharzen vorhanden, so müssen die bei 60° C vorgetrockneten Kristalle weiterhin 6—7 Tage in einem Exsiccator über konzentrierter Schwefelsäure belassen werden, worauf die zweite Trocknung bei 150° C in 3 Std vorgenommen wird. Über Schwefelsäure verlieren die Diglykolate ihren Alkohol- und Wassergehalt. H. Zellner

Zum Nachweis und zur angenäherten Bestimmung der Verunreinigungen in Hexogen (Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin) beschreiben E. W. Malmberg, K. N. Trueblood und Th. D. Waugh[1] ein Verfahren, mit dem noch wenige Teile der Verunreinigungen in 1 Million Teile Hexogen erfaßt werden können. Hexogen ist ein hochexplosives Nitrierprodukt von Hexamethylentetramin, die daneben entstehenden Verunreinigungen sind Polynitramine mit Sechser- oder Achterringen oder offenen Ketten. Das Verfahren besteht in der Anreicherung der Verunreinigungen dadurch, daß man den Hauptbestandteil (Hexogen) durch fraktionierte Fällung der acetonischen Lösung mit Petroläther entfernt. Die angereicherten Verunreinigungen werden darauf einer systematischen Trennung durch wiederholte Chromatographie auf Säulen unterworfen, die als Adsorbens ein Gemisch von 2 Teilen Silicagel und 1 Teil Celite 535 enthalten. Als Lösungs- und Elutionsmittel dienen Mischungen von Nitroparaffinen (Nitromethan) mit Benzol im Verhältnis 1 : 4, oder zur Abtrennung schwächer adsorbierter Stoffe Mischungen von Dioxan-Ligroin (1 : 4) oder Äthylacetat-Ligroin (1 : 9). Zum Sichtbarmachen der Zonen werden verwendet ein etwas abgeändertes Reagens nach A.P.N. Franchimont[2] (Bestreichen der Säule mit Zinkstaub, Benzol und schließlich mit Sulfanilsäure-

[1] Analyt. Chemistry **25**, 901—907 (1953). Inst. of Technology, Pasadena, Calif.
[2] Recueil trav. chim. Pays-Bas **16**, 227 (1897).

α-Naphthylaminreagens) und das Formaldehydreagens nach S. B. Schryver[1] (Bestreichen mit 5% Lösung von Phenylhydrazin in 90%iger Schwefelsäure und dann mit 5%iger wäßriger $K_3Fe(CN)_6$-Lösung). Wegen der Einzelheiten der ausführlich beschriebenen Trennungs- und Bestimmungsverfahren muß auf die Originalarbeit verwiesen werden. H. Zellner

Die Bestimmung der gebundenen Essigsäure in Celluloseacetat kann nach G. Garetto und A. Ruffoni[2] aus dem Gewichtsverlust erfolgen, den das Material bei vollständiger Hydrolyse in wäßrig-alkalischem Medium erleidet. Die Untersuchungen wurden an acetonlöslichem Celluloseacetat mit 54—55% Essigsäuregehalt gemacht und zeigen, daß die gravimetrische Methode in guter Übereinstimmung mit der volumetrischen steht. Es wird darauf hingewiesen, daß diese Methode für Celluloseester anwendbar sein könnte, die andere Löslichkeitseigenschaften haben, als die hier untersuchten. — *Ausführung.* Man versetzt 2,5 g der bei 105° C getrockneten Probe mit 100 ml 0,5n Natronlauge und läßt 48 Std bei 20° C in verschlossener Flasche stehen. Dann versetzt man mit einem geringen Überschuß (etwa 1 ml) von 0,5n Schwefelsäure und titriert nach weiterem 5-stündigem Stehen mit 0,5n Natronlauge gegen Phenolphthalein als Indicator zu Ende. Nach der Titration (die zur Kontrolle der Resultate herangezogen wurde) filtriert man durch ein Faltenfilter, wäscht in kleinen Anteilen zunächst mit 500 ml Wasser von 20° C, dann mit 200 ml Wasser von 70° C, trocknet 12 Std bei 50° C, überführt die Cellulose dann in ein Wägeglas und bringt bei 105° C zu konstantem Gewicht. R. Helmers

Zur Bestimmung von freiem und gesamtem Gossypol ändert W. J. Miller[3] die Methoden von W. A. Pons und J. D. Guthrie[4] (freies Gossypol) und von W. A. Pons[5] u. Mitarb. (Gesamtgossypol) in folgender Weise ab. Als farbstoffbildendes Reagens ersetzt er das bisher verwendete p-Anisidin durch Anilin, wodurch Störungen durch Dianilinogossypol, welches zuweilen in chemisch behandeltem Baumwollsamenschrot vorkommt, vermieden werden. Erhöht man dann noch die Reaktionstemperatur von 60 auf 100° C, so kann man bei der Aufstellung der Eichkurve verschiedene Volumina einer Stammlösung verwenden und braucht nicht wie bisher von einer Reihe unabhängig voneinander hergestellter Lösungen auszugehen. Bei der Gesamtgossypolbestimmung verwendet man ebenfalls Anilin zur Farbentwicklung und verdoppelt die Konzentration der Oxalsäurelösung (und folglich auch die der Bariumacetatlösung), wodurch es gelingt, nicht nur an Eiweiß gebundenes Gossypol, sondern auch Dianilinogossypol zu spalten. — *Ausführung. Freies Gossypol.* 1 g Substanz (z. B. Baumwollsaatschrot) schüttelt man 1 Std mit 50 ml 70%igem Aceton in Gegenwart von Glasperlen und filtriert. Vom Filtrat pipettiert man bei Gossypolgehalten bis zu 0,10% 5 ml, bis 0,15% 2 ml in 25 ml- und bei 0,15—0,20% 2 ml in 50 ml-Meßkolben. Man setzt die Kolben doppelt an und füllt den einen sofort mit 80%igem Isopropanol auf (Lösung B). Daneben stellt man als Blindlösung eine gleiche Verdünnung von reinem 70%igem Aceton mit 80%igem Isopropanol her (Lösung A). Möglichst schnell, spätestens 5 min nach dem Filtrieren des Extraktes (da sonst Verblassen infolge Hydrolyse von etwa vorhandenem Dianilinogossypol eintritt) mißt man bei 445 mμ die Absorption von B

[1] Proc. Roy. Soc. London B **82**, 226 (1910).

[2] Analyt. Chemistry **27**, 400—401 (1955). Rhodiatoce S. p. A., Mailand (Italien).

[3] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **32**, 29—33 (1955). The Buckeye Cotton Oil Comp., Atlanta, Georgia (USA).

[4] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **26**, 671 (1949).

[5] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **27**, 390 (1950).

gegen A. Zur Extraktlösung im anderen Meßkolben fügt man 3 ml destilliertes Anilin und erhitzt offen 15 min in siedendem Wasser, wobei das Aceton größtenteils verdampft (Lösung C). Gleichzeitig erhitzt man in einem weiteren Meßkolben soviel reines 70%iges Aceton, wie bei C Extraktlösung angewendet wurde, ebenfalls mit 3 ml Anilin 15 min im Wasserbad (Lösung D). Nach dem Erhitzen verdünnt man C und D bis zur Marke mit 80%igem Isopropanol und mißt bei 445 mμ die Absorption von C gegen D. Die Absorption von C vermindert man um die Absorption von B gegen A. Zur Auswertung benutzt man eine Eichkurve, welche man auf dieselbe Weise mit verschiedenen Mengen von reinem Gossypol herstellt.

F. Neumann

Polarographisches Verhalten von Alkyl-Phthalatestern. G. C. Whitnack, J. Reinhart und E. St. Clair Gantz[1] haben in Ergänzung zur früher beschriebenen polarographischen Bestimmung von Dialkylphthalaten in Kunststoffen[2] die Diffusionskoeffizienten, den Reduktionsmechanismus und den Einfluß des p_H-Wertes auf die Stufenhöhe und Halbstufenpotentiale beim *Dimethyl-, Diäthyl-, Dibutyl- und Dioctylester der o-Phthalsäure* in 75%iger alkoholischer Lösung mit Britton-Robinson-Puffer von p_H 2—12 und mit Tetramethylammoniumchlorid (0,5 m) als Leitsalz untersucht. Die Halbstufenpotentiale (—1,7 bzw. —2,0 V) der irreversiblen Reduktionsstufen sind weitgehend unabhängig vom p_H-Wert. In ungepufferter Lösung (p_H 6,5) sind die Diffusionsströme dem Carboxylgehalt des Moleküls direkt proportional. Aus experimentell bestimmten Diffusionskoeffizienten (Diäthylester: $0{,}394 \cdot 10^5$; Dioctylester: $0{,}238 \cdot 10^5$; Phthalid: $0{,}526 \cdot 10^5$; Phthalaldehyd: $0{,}169 \cdot 10^5$ $cm^2\ sec^{-1}$) folgt, daß die erste Stufe einer 4-Elektronenreaktion, die zweite Stufe und die des Phthalids und des Aldehyds einer 2-Elektronenreaktion entsprechen. Wie auch durch präparative elektrolytische Reduktion belegt werden kann, verläuft die Reduktion der Ester über das Phthalid, doch kann das Endprodukt noch nicht angegeben werden. K. Cruse

Mit der papierchromatograhischen Trennung von pharmazeutisch verwendeten Polymeren des Äthylenoxyds (Carbowax und Polyäthylenglykole) befaßt sich F. Jaminet[3]. Auf Papier (Whatman Nr. 1) wandern die Polyäthylenoxyde mit einem Lösungsmittelgemisch aus n-Butanol-Wasser-Essigsäure (4:5:1, obere Schicht nach 3 tägigem Stehen) um so schneller, je niedriger ihr Molekulargewicht ist. Sichtbar macht man die einzelnen Bestandteile mit dem Reagens von Dragendorff. Von den niedrigpolymeren Verbindungen (Mol-Gew. 300—400) kann man noch 50 μg, von den höherpolymeren (Mol-Gew. 1500—6000) sogar noch 20 μg nachweisen. Um Polyäthylenoxyde von Alkaloiden zu trennen, verwendet man als Lösungsmittel entweder salzsaures Isobutanol (1) oder ammoniakalisches n-Butanol (2), womit die Polyäthylenoxyde sehr langsam wandern, oder salzsaures Isopropanol (3) oder ammoniakhaltiges Wasser (4), wobei sie fast an der Lösungsmittelfront laufen. Die Gemische sind folgendermaßen zusammengesetzt: (1) 50 ml Isobutanol + 7,5 ml konz. Salzsäure + 13,5 ml Wasser, nach 48 Std dekantieren (Verfahren absteigend), (2) 50 ml n-Butanol + 25 ml 10fach verdünntes Ammoniak, nach 24 Std dekantieren (Verfahren aufsteigend), (3) 80 ml Isopropanol + 10 ml konz. Salzsäure + 10 ml Wasser, alle Komponenten sind klar miteinander mischbar (Verfahren aufsteigend), (4) Ammoniak-Wasser 1:20. Im Original gibt Verf. Anwendungsbeispiele an Mischungen von Handelsprodukten. F. Neumann

---

[1] Analyt. Chemistry **27**, 359—362 (1955). U. S. Naval Ordn. Test Stat., Inyokern, China Lake, Calif. (USA).

[2] Whitnack, G. C., and E. St. Clair Gantz: Analyt. Chemistry **25**, 553 (1954); vgl. diese Z. **144**, 312 (1955).

[3] J. Pharmac. Belgique N.S., **9**, 318—324 (1954). Univ. Lüttich (Belgien).

Namen- und Sachverzeichnis zum 149. Band

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abdine, H., siehe Flaschka, H.
Abrisqueta, C., siehe Sierra, F.
Ackermann, P. G., Toro, G., und Kountz, W. B. Papierelektrophoretische Untersuchung von Serumlipoproteinen 125
Addink, N. W. H. Verwendung leitprobenfreier spektrographischer Verfahren 109
Adler, N., siehe Palilla, F. C.
Adlersberg, D., Bossak, E. T., Sher, I. H., und Sobotka, H. Bestimmung von Lipoproteinen in normalen und pathologischen Seren 228
Airan, J. W., Joshi, G. V., Barnabas, J., und Master, R. W. P. Rundfilterpapierchromatographie 312
Albert, A. Bestimmung von Schwefel in Benzin durch den Sommer-Test 453
Aldridge, W. N. Bestimmung von Cyanid 200
Alimarin, I. P., und Krjukov, V. G. Fällung von Vanadin mit Oxychinolinderivaten 206
Allen, F. W., siehe Crestfield, A. M.
Almássy, Gy., und Dezső, I. Nachweis und Bestimmung von Oxalat 315
Almássy, Gy., und Vigvári, M. Papierchromatographische Abtrennung von Uran 213
Alt, L. L. Photometrische Bestimmung von Gluconsäure in alkalischer Lösung 359
American Oil Chemists' Society, Perjodat-Methode in der Glycerinanalyse 459
Amiel, S., Dostrovsky, I., und Winsberg, L. Bestimmung von Radon und Radium in Wasser 392
d'Amore, G., siehe Ricca, B.
Amy, L. M., siehe Heros, M. E.
Anderson, R. A., siehe Hamilton, P. B.
Anson, M. L. Hämoglobinmethode zur Bestimmung von Pepsinogen 234
Applied Research Laboratories, Quantometer 105
Archinard, P., und Ferre, M. Nachweis von Salicyl- und Benzoesäure im Wein 374
Arikawa, Y. Bestimmung von Kaliumxanthogenat und Äthanol 362
Armstrong, A. R., siehe Yoe, J. H.
Arquette, G. J., siehe McCune, H. W.
Artero-Soteras, C. Methoden der Sauerstoffbestimmung in Stählen 441
Arthur, P., und Donahue, J. F. Coulometrische Bestimmung von Eisen 205
Asmus, E., und Kurandt, H.-F. Über die photometrische Bestimmung von Pyridin, β- und γ-Picolin in Teerbasenfraktionen 3 [Or]
Athavale, V. T., siehe Venkateswarlu, Ch.
Aulenbach, D. B., und Balmat, J. L. Polarographische Bestimmung von Sulfit in Abwässern 393
Aumann, H., siehe Kielhöfer, E.
Averell, P. R., und Norris, M. V. Nachweis von E 605 im Mageninhalt 399

Babko, A. K., und Korotun, M. V. Volumetrische Bestimmung von Kobalt mit Dimethylglyoxim 219
Bahr, G. F. Bestimmung von Osmium in biologischen Präparaten 224
Baker, B. B., siehe Young, A.
Baker, L. C. W., und Stouffer, J. E. Mikrokippapparat 141
Baker, M. J., siehe Gabourel, J. D.
Baker, M. O., Foster, R. A., Post, B. G., und Hiett, T. A. Mikrobestimmung von Cyanid neben großen Mengen Sulfid 200
Balmat, J. L., siehe Aulenbach, D. B.
Baltes, J., und Wiertz, P. Analyse von Chromatfarben 448
Bando, K., siehe Yamaguchi, K.
Banerjee, G. Spektrophotometrische Bestimmung von Zirkonium mit SPADNS 156. — Siehe auch Datta, S. K.
Banister, P. G., siehe Coxon, R. V.
Bank, C. A., und van der Eijk, W. Qualitative und halbquantitative anorganische Analyse mit dem Ringofen 131

Bankmann, E., siehe Specker, H.
Banks, Ch. V., und Davis, R. J. Gravimetrische Bestimmung von Thorium mit Benzolphosphonsäure 160
Barceló, J. R., siehe Jorge, M.
Barnabas, J., und Joshi, G. V Phenol - 2,6 - dichlorindophenol als Sprühreagens für organische Säuren 121. — Siehe auch Airan, J. W., sowie Barnabas, T.
Barnabas, T., und Barnabas, J. Papierchromatographische Trennung der Metalle der analytischen Gruppen I und IIa 120
Barnard, D., und Hargrave, K. R. Bestimmung organischer Peroxyde 306
Barnett, G. A., siehe Milner, G. W. C.
Baron, H. Bestimmung von Kobalt mit β-Nitroso-α-naphthol 219
Barry, W. H., siehe Hasler, M. F.
Bartlett, J. K., siehe Skoog, D. A.
Bastian, R. Temperatureinflüsse bei der Differentialcolorimetrie 129
Bate-Smith, E. C., und Westall, R. G. R_f-Wert und Zahl der Kohlenstoffatome bei organischen Säuren 315
Baubigny, H. Nachweis von Brom als Tetrabromfluorescein 68
Beamish, F. E., siehe Currah, J. E.
Beck, G. Titrationen mit Kupfer(III)-salzen 139
Becker, E. Bromkresolgrün zur Färbung von Papierchromatogrammen 372
Becker, W. W., siehe Shaefer, W. E.
Behnke, U., siehe Täufel, K.
Bell, R. N. Bestimmung verschiedener Phosphate nebeneinander 287
Bell, R. N., Wreath, A. R., und Curless, W. T. Bestimmung von Phosphaten nebeneinander 287
Benard, P., siehe Deibner, L.
Berenblum, I., und Chain, E. Colorimetrische Bestimmung von Phosphat 280
van den Berg, J. C. T., siehe Brus, J. B. F.
Berggren, A., und Kirsten, W. Abtrennung von Quecksilber von anderen Stoffen in pharmazeutischen Produkten 221
Bergna, H. E., siehe Gaudin, A. M.
Bergner, K. G., siehe Bremanis, E.
Bermejo-Martínez, F., und Prieto-Bonza, A. Komplexone in der qualitativen anorganischen Analyse 134
Bernhart, D. N., und Wreath, A. R. Bestimmung der nicht gebundenen Phosphorsäure in Alkylphosphaten und von Orthophosphat in kondensierten Phosphaten 289. — Siehe auch Netherton, L. E.
Bernhauer, K., siehe Friedrich, W.
Berridge, N. J., siehe Hiscox, E. R.
Berry, W. K., und Burt, J. R. Schwierigkeiten bei der Bestimmung von Glucose und Glykogen in Geweben 235
Beyer, G. F. Colorimetrische Bestimmung von Methanol 378
Beyer, K. H., siehe Tillson, E. K.
Bhagwan, H., siehe Chatterji, A. C.
Bhaskara Rao, K., siehe Gowda, H. S.
Bhuchar, V. M., siehe Verma, M. R.
Bidtel, E. Analyse von Flußspat 86
Bionda, G. Bestimmung von Furfurol 370. — Bestimmung von Blei in Mineralschmierölen 453. — Komplexometrische Bestimmung von Zink und Calcium in Stearaten 459
Birjuk, E. A., siehe Nazarenko, V. A.
Blake, G. G. Zonendetektor für papierchromatographische und elektrophoretische Analysen 122
Blasco-López-Rubio, F., siehe de la Rubia-Pacheco, J.
Blix, G. Mikrobestimmung von Glycerin 320
Bobtelsky, M., und Jungreis, E. Heterometrische Bestimmung von Quecksilber und Mercaptobenzthiazol 152
Bock, R. M., und Ling, N.-S. „Gradient elution"-Technik 316
Bode, F. Bestimmung von Aminosäuren und Peptiden mit Ninhydrin-Kupferreagens 319
Bode, F., Hübener, H. J., Brückner, H., und Hoeres, K. Bestimmung von Aminosäuren 319
Bode, H. Fällung von Platin mit Tetraphenylarsoniumbromid 293
Bodor, A., siehe Erdey, L.
Böhringer, P., und Wenzler, J. Papierchromatographischer Nachweis der bei der Gärung entstehenden nichtflüchtigen Säuren 371
Boenke, R., siehe Presting, W.
Boltze, K.-H., und Katzmann, H. Nachweis und Bestimmung von Nitrit 204
Bon, W. F. Vorrichtung zur Absorptionsmessung der gefärbten Protein-

banden bei der Papierelektrophorese 230
Bonastre, J. Papierchromatographische Bestimmung von Chinin in Aperitifs 376
Boos, R. N. Colorimetrische Bestimmung von Methanol 378
Borovik-Romanova, T. F., siehe Vajnštejn, E. Je.
Borsook, H. Bestimmung von Kreatinin 233
Bossak, E. T., siehe Adlersberg, D.
Bouat, siehe Maume
Boule, A. J., siehe Cherney, P. J.
Bowden, C. H., MacLagan, N. F., und Wilkinson, J. H. Nachweis von Thyroxin und verwandten Substanzen 236
Bradbury, F. R., Higgins, D. J., und Stonemann, J. P. Prüfung auf Hexachlorcyclohexanol 264
Bradshaw, W., siehe Silverman, L.
Braganca, B. M., Quastel, J. H., und Schucher, R. Mikrobestimmung von Ammoniak im Gehirn 224
Brandt, W. W., DeVries, J. E., und St. Clair Gantz, E. Reduktion von Nitroguanidin mit Titan(III)-chlorid in Gegenwart von Eisen(II)-salz 313
Brannock, W. W., siehe Shapiro, L.
Brattsten, I. Verbesserung der Reproduzierbarkeit bei der Elektrophorese 123. — Siehe auch Svensson, H.
Brdička, R. Polarographische Bestimmung von Mucoproteiden 229
Breckpot, R., und Hainski, Z. Spektrale Bestimmung von Phosphor und Kohlenstoff in Stählen mit der Profilierungsmethode 439
Bregman, R. U., siehe Lowry, O. H.
Brehm, R. K., und Fassel, V. A. Direktschreibende spektrochemische Analyse 106
Bremanis, E., und Bergner, K. G. Nachweis von α-Naphthylthiohamstoff 266
Brooks, L. S., und Bryan, F. R. Spektrographische Bestimmung von Phosphor im Stahl 440
Brown, H. C., und Hafliger, O. Mikroapparatur nach Zerewitinoff zur Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 304
Brown, W. G., siehe Wilzbach, K. E.
Brückner, H., siehe Bode, F.
Brunner, R., und Margreiter, H. Bestimmung von Penicillin in Futterzusatzmitteln und Futtermitteln 238
Brunner, R., und Spielmann, I. Bestimmung von Penicillin in Futterzusatzmitteln 238
Brus, J. B. F., und van den Berg, J. C. T. Butyrometrische Bestimmung von Fett in viscosen Zubereitungen 382
Bryan, F. R., siehe Brooks, L. S.
McBryde, W. A. E., siehe Currah, J. E.
Budanova, L. M., siehe Kuznecov, V. I.
Bünte, H., siehe Kimbel, K. H.
Bultasová, H., und Horáková, E. Komplexometrische Bestimmung von Glucose in biologischem Material 234
Burdett, L. W., siehe Laitinen, H. A.
Burianec, Z., siehe Čúta, F.
Burkhalter, T. S., siehe Monaghan, P. H.
Burr jr., W. W., und Marcia, J. A. Presse zur Herstellung von Preßlingen aus $Ba^{14}CO_3$ 299
Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Escobar-Godoy, R. Einfluß von Verunreinigungen von Urtitersubstanzen auf die Brauchbarkeit 133
Burt, J. R., siehe Berry, W. K.
Buscaróns, F., und Marín-Malumbres, J. L. Titanbestimmung mit Kupferron 203. — Eisen(III)-Bestimmung mit Kupferron 217
Butler, J. P., siehe Diehl, H.
Buzás, I., siehe Erdey, L.

Cale, W. R. Bestimmung von Pyrophosphat 287
Cannan, R. K., siehe Troll, W.
Capell, R. G., siehe Karr jr., C.
Carlsson, C. G., und Danielsson, L. Direktschreibende spektrochemische Bestimmung von Phosphor in Stahl und Eisenerz 440
Carlton, J. K., siehe Moseley, P. B.
Cassidy, H. G., siehe Kowkabany, G. N.
Castaing, R., und Guinier, A. Röntgenspektroskopische Punktanalyse 115
Castelli, A., siehe Pristera, F.
Cecil, R. Bestimmung von Thiolen und Disulfiden durch potentiometrische Titration mit Silbernitrat 307. — Silberthioelektrode 307
Cecil, R., und McPhee, J. R. Bestimmung von Thiolen und Disulfiden durch potentiometrische Titration mit Silbernitrat 307

Center, E. J., siehe McNulty, J. S.
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Champ, P., Fauconnier, P., und Duval, Cl. Gewichtsanalytische Bestimmung von Platin 292
Charlot, G., und Gauguin, R. Gleichgewichtskonstante von Chelaten 421
Chatterji, A. C., und Bhagwan, H. Studies on Paper Chromatography 1. Factors affecting R_f and S Values in the Case of Impregnated Filter Papers 339 [Or]
Cheng, K. L. Bestimmung von Silber mit 1,2,3-Benztriazol 433
Cheng, K. L., und Bray, R. H. 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol als analytisches Reagens 138
Cherney, P. J., Crafts, B., Hagermoser, H. H., Boule, A. J., Harbin, R., und Zak, B. Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure im Urin 225
Childers, E., und Struthers, G. W. Ultrarotanalyse der Natriumsalze einfacher organischer Säuren 312
Childs, E. B., und Kanehann, J. A. Anwendung des logarithmischen Sektors für die spektrographische Analyse von Petroleumrückständen 450
Chilton, J. M., und Horton, A. D. Acidimetrische Bestimmung von Fluorid 213
Chipault, J. R., siehe Lundberg, W. O.
Chowdhury, A. K., siehe Dutt, N. K.
Claassen, A., und Daamen, A. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt mit β-Nitroso-α-naphthol 219
St. Clair Gantz, E., siehe Brandt, W. W., sowie Whitnack, G. C.
Clark, H. S. Bestimmung von Kohlenstoff und Fluor in hochfluorhaltigen organischen Verbindungen 295
Clayton, G. D., und Giever, P. M. Ermittlung von staubförmigen Verunreinigungen in der Luft 388
Cluley, H. J. Bestimmung von Kalium als Tetraphenyloborat 142
Cocking, E. C., siehe Yemm, E. W.
Codell, M., siehe Mikula, J. J.
Cogbill, E. C., und Yoe, J. H. Colorimetrische Bestimmung von Bor mit organischen Reagentien 153
Cogbill, E. G., White, J. C., und Susano, C. D. Bestimmung von Phosphat in Lösungen von Uranphosphaten 450
Colas, J., siehe Ebel, J.-P.
Coldwell, B. B. Papierchromatographische Untersuchung von Tinten und Tintenschriften 400
Coleman, J. E., siehe Ricciuti, C.
Collier, R. E. Störung der komplexometrischen Calcium- und Magnesiumbestimmung durch Phosphat-Ionen 151
Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Chromatographische Bestimmung von Phosphat-Anionen 283
Coulson, E. A., und Hales, J. L. Ultrarotspektroskopische Bestimmung von Picolinen, Lutidin und Äthylpyridin in Teerbasenfraktionen 456
Coxon, R. V., Banister, P. G., und Kay, R. H. Verwendung des Katharometers in der Gasanalyse 198
McCoy, R. N., und Weiss, F. T. Bestimmung der verschiedenen Schwefelverbindungen in Erdölfraktionen 454
Crafts, B., siehe Cherney, P. J.
Crawford, C. M., siehe Reilley, C. N.
Crestfield, A. M., und Allen, F. W. Elektrophoresegerät 124
Criddle, D. W., und le Tourneau, R. L. Chromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen 451
Crisp, J. D., siehe Watt, G. W.
McCrone, W. C., siehe Laskowski, D. E.
Crouthamel, C. E., Hjelte, B. E., und Johnson, C. E. Spektralphotometrische Bestimmung von Titan, Vanadium und Niob 203
Crouthamel, C. E., und Johnson, C. E. Bestimmung von Uran, Molybdän und Wolfram 203
Crowther, J. Chromatographische Trennung und Bestimmung verschiedener Phosphat-Anionen 283
Cruickshank, D. H., siehe Isherwood, F. A.
Cruikshank, A. J., siehe Currah, J. E.
Csiszár, B., siehe Szarvas, P.
Čumačenko, M. N., siehe Koršun, M. O.
Cundiff, R. H., siehe Riddick, J. A.
McCune, H. W., und Arquette, G. J. Spezifische Fällungsreagentien für kondensierte Phosphate 290
Curless, W. T., siehe Bell, R. N.
Currah, J. E., McBryde, W. A. E., Cruikshank, A. J., und Beamish, F. E. Thiophenolmethode zur Bestimmung von Platin 293

Čůta, F., und Burianec, Z. Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Gasen 208

Daamen, A., siehe Claassen, A.
Daidone, Ph. C. Anwendung von Halogen - Kobalt(II) - acetat - Essigsäure als Reagentien in der qualitativen organischen Analyse 294
Danielsson, L., siehe Carlsson, C. G.
Dannenberg, E. Schnellbestimmung der Glykämie 234
Das, M. S., siehe Venkateswarlu, Ch.
Dass, R., siehe Verma, M. R.
Datta, S. K. Analytical Aspects of some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part I. SNADNS Dyes in the Detection and Volumetric Determination of Thorium 270 [Or]. — Analytical Aspects of some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part II. Titrimetric Determination of Thorium with Versene using the SNADNS Dyes 328 [Or]. — Analytical Aspects of some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part III. Use of SNADNS Dyes in the Volumetric Determination of Fluorine 333 [Or]
Datta, S. K., und Banerjee, G. Nachweis und Bestimmung von Thorium mit 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 159. — Bestimmung von Thorium mit organischen Reagentien 157. — Bestimmung von Thorium mit Jodbenzoesäuren 159. — Bestimmung von Thorium und seine Abtrennung von Seltenen Erden und aus dem Monazitsand 159. — Trennung von Thorium, Zirkonium, Titan und Eisen 158. — Trennung von Thorium und Uran 158
Davenport jr., W. H. Bestimmung von Aluminium in Stahl 437
Davidson, E., siehe Hasler, M. F.
Davis, H. A., siehe Wise, C. S.
Davis, R. J., siehe Banks, Ch. V.
De, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Deal, S. B. Spektrographische Bestimmung von Blei in hochgereinigtem Kupfer 396
Dean, J. A., und Lady, J. H. Bestimmung von Eisen(II) mit Nitroso-R-Salz 217
Dedic, G., siehe Gorbach, G.
Degen, W. Nachweis von Kalypnon in Urin 400
Deibner, L., und Benard, P. Bestimmung von Kalium im Wein 370
Denck, W., siehe Mahr, C.
Deshmukh, G. S. Diphenylcarbazon, Reagens zur colorimetrischen Germaniumbestimmung 155. — Fällung von Thorium mit Oxytoluylsäure 157. — Oxydimetrische Bestimmung von Vanadin(IV) mit alkalischer Jodlösung 207
Desnuelle, P., siehe Savary, P.
Deutsch, T. Bestimmung von N-endständigen Aminosäuren einiger Prolamine 319
Dévay, J., und Triznyai, M. Potentiometrische Titrationsverfahren 117
Devor, A., siehe Winzler, R. J.
Dewald, W. Calciumoleatlösewerte zur Bestimmung von $Na_5P_3O_{10}$ 288
Dewald, W., und Schmidt, H. Nachweis von Polyphosphaten 280
Dewald, W., Schmidt, H., und Neeb, K.-H. Bestimmung von Pyro- und Tripolyphosphaten nebeneinander 287
Dewey, B. T., siehe Plein, E. M.
Dezső, I., siehe Almássy, Gy.
Diehl, H., und Butler, J. P. Titration von Kobalt mit Cyanoferrat(III) 218
Diggins, F. W. Stabilität von Murexid 138
Dijkstra, F., siehe den Herder, P. C.
Diller, H., siehe Pfeiffer, H.
Dimler, R. J., siehe Jeanes, A., sowie Wise, C. S.
Dische, Z., und Shettles, L. B. Bestimmung von Fucose und Rhamnose 360
Disse, W., siehe Franzen, F.
Djatlova, N. M., siehe Lastovskij, R. P.
Dole, M. Berechnung des Alkalifehlers von Glaselektroden 118
Doležal, J., und Hofmann, P. Polarographische Bestimmung von Kupfer, Eisen, Cadmium und Blei in Zink 397. — Bestimmung von Nickel und Nachweis von Kupfer und Eisen in Kobaltsalzen 292. — Siehe auch Kalvoda R.
Donahue, J. F., siehe Arthur, P.
Donaldson, K. O., Tulane, V. J., und Marshall, L. R. Chromatographische Technik 316, 369
Dor, L., siehe Lacomble, M.
Doroslovački, I., siehe Tutundžić, P. S.
Dostrovsky, I., siehe Amiel, S.
Drevon, B. Entfärbemethode für angefärbte Serumpherogramme 230

Dreyer, H., und Lessmann, O. Bestimmung von Quecksilber in technischen Produkten 26, 152. — Siehe auch Ensslin, F.
Dröger, S., siehe Kauko, Y.
Drushel, H. V., und Miller, J. F. Spektralphotometrische Bestimmung aliphatischer Thioäther in Petroleum und dessen Fraktionen 309
Dubravčić, M. Bestimmung von Jod in natürlichen Wässern 393
Duda, H., siehe Kuntze, K.
Dulac, siehe Maume
Dutra, C. V., und Murata, K. J. Spektrochemische Bestimmung von Thorium in Monazitsand 445
Dutt, N. K., und Chowdhury, A. K. Volumetrische Bestimmung von Thorium 160
Duval, Cl., siehe Champ, P.
van Dyken, A. R., siehe Wilzbach, K. E.
Dziewaltowski, Cz., siehe Hubicki, W.

Ebel, J.-P. Papierchromatographische Trennung von Sauerstoffsäuren des Phosphors 278. — Siehe auch Volmar, Y.
Ebel, J.-P., und Colas, J. Untersuchung schwerlöslicher Verbindungen zwischen kondensierten Phosphaten und organischen Basen 291
Ebel, J.-P., und Volmar, Y. Papierchromatographische Trennung von Sauerstoffsäuren des Phosphors 278
Eberius, E. Die Ursache des Farbumschlages der Zinktitration nach Urbasch 16 [Or]
Edgcombe, L. J., und Hewett, D. R. Flammenphotometrische Schnellbestimmung von Calcium in Kohlen- oder Koksasche 399
Ehrmantraut, H. C., und Weinstock, A. Quantitative Auswertung von Flecken auf Papierchromatogrammen 122
Eichhoff, H.-J., und Mainka, E. Genauigkeit spektrochemischer Additionsverfahren 109
Eidinger, D., siehe Glegg, R. E.
van der Eijk, W., siehe Bank, C. A.
Ellerbrook, L., siehe Gettler, A. O.
Elving, P. J., siehe Olson, E. C.
Endres, H., siehe Grassmann, W.
English, F. L. Bestimmungsmethoden für organische Nitroverbindungen 160
Ensslin, F., Dreyer, H., und Lessmann, O. Methoden zur Quecksilberbestimmung in Erzen und Hüttenprodukten 25 [Or]
Epstein, J. Mikrobestimmung von Cyanid 155
Epstein, J. H., siehe Roe, J. H.
Erdey, L., und Bodor, A. Variaminblau B als Redoxindicator 245
Erdey, L., und Buzás, I. Redoxtitrationen mit Luminescenzindicatoren 131. — Redoxtitrationen mit Natriumhypochloritlösung 132. — Titrationen mit Hypobromitlösung und Luminescenzindicatoren 132. — Natriumarsenitmaßlösung für Redoxtitrationen 133. — Redoxtitrationen mit Hydrazinsulfatlösung 133
Erdey, L., und Rády, G. Komplexometrische Eisenbestimmung in Anwesenheit von Variaminblau als Indicator 250 [Or]
Ericson, L.-E., und Nihlén, H. Elektrophoretische Bestimmung von Vitamin B_{12} 386
Escobar-Godoy, R., siehe Burriel-Martí, F.
Evans, D. V., und Johnston, D. Spektrographische Analyse von Lösungen 103
Eysell, K., siehe Franzen, F.

Fahr, E., und Neumann, W. P. Kaliumbromidpreßlinge für die Ultrarotspektroskopie 114
Farber, E. L., siehe Resnikow, I. G.
Farmer, V. C. Abweichungen der UR-Spektren nach Schiedt 112
Fassel, V. A., siehe Brehm, R. K., sowie Margoshes, M.
Faucherre, J. Nachweis der Erdalkalimetalle in Gegenwart von Komplexon 134
Fauconnier, P., siehe Champ, P.
Fawzi Bassili, Y., siehe Volmar, Y.
Feigl, F., und Gentil, V. Tüpfelreaktion auf Polynitroverbindungen 366
Feigl, F., und Hainberger, L. Tüpfelreaktionen von Naphthol- und Naphthylaminsulfonsäuren 365
Feigl, F., und Mannheimer, W. A. Reaktion von Hydrazin mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 177
Feldstein, M., und Klendshoj, N. C. Toxikologische Analyse 264
Fernando, Q. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von Metall-Ionen auf mit 4-Oxybenzthiazol imprägniertem Papier 120

Ferre, M., siehe Archinard, P.
Fink, A. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 111
Finkelštejn, D. N., und Petropavlovskaja, I. B. Bestimmung von Mangan in Erzen und Gesteinen 444
Fischer, E., siehe Wieland, Th.
Fischer, H., und Leopoldi, G. Bestimmung von Quecksilber mit Dithizon 26, 152
Fischer, J., und Kraft, G. Studien zur analytischen Chemie der Säuren des fünfwertigen Phosphors. III. Mitteilung. Die Bestimmung des P_2O_5-Gehaltes von Metall-Orthophosphatlösungen 29 [Or]
Fischer, W., und Schmidt, A. Bestimmung kleinster Mengen von Alkohol 306
Flaschka, H. Anwendung von Thioacetamid 139. — Komplexometrische Bestimmung von Zink und Cadmium 185. — Komplexometrische Bestimmung von Blei 453
Flaschka, H., und Abdine, H. Trennung und komplexometrische Bestimmung von Mangan 216
Flaschka, H., und Püschel, R. Die komplexometrische Bestimmung von Zink und Cadmium in Anwesenheit größerer Mengen von Eisen 185 [Or]. — Komplexometrische Titration von Nickel in Gegenwart von Quecksilber 349
Flaschka, H., und Sadek, F. Komplexometrische Titrationen in stärker saurem Medium. Rücktitration mit Wismutnitrat gegen Brenzcatechinviolett 345 [Or]
Flis, I. E. Potentiometrische Titrationen unter Benutzung der katalytischen Zersetzung von Wasserstoffperoxyd an der Platinelektrode 195
Flis, I. E., und Vert, Ž. L. Potentiometrische Bestimmung von Dichromat und starken Säuren nebeneinander 196
de Ford, D. D., siehe Hussey, A. S.
Foster, J. M., siehe Karnovsky, M. L.
Foster, R. A., siehe Baker, M. O.
Franchimont, A. P. N. Reagens auf Hexogen 462
Franěk, F., siehe Kaláb, D.
Frank, B., siehe Hubicki, W.
Frank, G., siehe Hahn, H.
Frank, H., und Petersen, H. Quantitative Bestimmung von Histidin in Papierchromatogrammen 232
Franzen, F., Disse, W., und Eysell, K. Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung von Glycerin 320
Franzen, F., Eysell, K., und Hack, H. Störungsmöglichkeiten bei der Mikrobestimmung von Glycerin 320
Franzen, F., Hegemann, W., und Disse, W. Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung von Glycerin 320
Frederiks, J. C., siehe Gerritsma, K. W.
Frehden, O., und Goldschmidt, L. Bildung Schiffscher Basen 365
Freier, H. E., Nippoldt, B. W., Olson, P. B., und Weiblen, D. G. Bestimmung von Kohlenstoff und Fluor in hochfluorhaltigen organischen Verbindungen 295
Freier, R., und Resch, G. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Hydrazinkonzentrationen im Wasser 177 [Or]
Freiser, H., siehe Melnick, L. M.
Friedman, N. H., siehe Gottfried, S. P.
Friedrich, K. Bestimmung von Selen mit Silbernitrat 40
Friedrich, W., und Bernhauer, K. Chromatographische Trennung der Vitamine der B_{12}-Gruppe 386
Fritz, J. S., und Keen, R. T. Potentiometrische Titration von Phenolestern 364
Fürstenau, I., siehe Lang, R.
Fujii, S., siehe Yamaguchi, K.
Fujimoto, J. M., Way, E. L., und Hine, C. H. Bestimmung von Morphin in biologischem Material 239
Fujimoto, M. Nachweis kleiner Mengen Chromat mit Wasserstoffperoxyd 210
Fujiwara, K. Prüfung auf Chlorkohlenwasserstoffe 264
Fukamauchi, H., und Obata, S. Nachweis von Bromat mit Mangan-(II)-salzen 215
Fukuda, M. Mikrobestimmung von Stickstoff nach Dumas 300
Fukushima, S., siehe Yamaguchi, K.

Gabourel, J. D., Baker, M. J., und Koch, Ch. W. Gleichzeitige Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und ^{14}C in organischen Substanzen 297
Gachon. L. Acidimetrische Bestimmung von Orthophosphorsäure 277

Galetti, M. Titration von Zink mit Cyanoferrat(II) 16
Gandolfo, N. Prüfung auf DDT 264
Ganguli, N. C. Mathematischer Zusammenhang zwischen R_f-Werten bei eindimensionalen und Ringchromatogrammen 119
Gantz, St. Clair, siehe St. Clair Gantz, E.
Gantzckow, H. Überwachung der Hochfrequenzenergie in spektrochemisch genutzten Funkenstrecken 110
Garby, L. Mikrobestimmung von Deuteriumoxyden in Wasser 394
Garcia-Porrata, A., siehe Kassner, J. L.
Garetto, G., und Ruffoni, A. Bestimmung der gebundenen Essigsäure in Celluloseacetat 463
Gary, N. D., und Klausmeier, R. E. Colorimetrische Bestimmung von Ribose, Desoxyribose und pentosenhaltigen Nucleinsäuren mit Anthronreagens 360
Gassmann, R., siehe Marten, G.
Gastinger, E. Bildung von Peroxytitanyl-Ionen 80
Gaudin, A. M., und Bergna, H. E. Bestimmung von Radiokohlenstoff mit dem Hochfrequenz-Induktionsofen 296
Gauguin, R., siehe Charlot, G.
Gebauhr, W., siehe Geilmann, W.
Gehauf, B., und Goldenson, J. Neues Reagens für Silber und Kupfer(I) 148
Geilmann, W., und Gebauhr, W. Bestimmung von Kalium als Tetraphenyloborat 142
Gentil, V., siehe Feigl, F.
Gerhard, E. R., und Johnstone, H. F. Mikrobestimmung von Schwefelsäureaerosolen 390
Gerritsma, K. W., und Frederiks, J. C. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung kondensierter Phosphate 287
Gettler, A. O., und Ellerbrook, L. Mikroskopischer Nachweis von Fluor-Ionen 213
Ghe, A. M., siehe Venturello, G.
Gibbons, M. N. Bestimmung von Fucose und Rhamnose 360
Gibbs, Bestimmung von Phenol mit 2,6-Dibromchinon-4-chlorimid 375
Gibson, N. A., und White, R. A. Titration von Eisen(II) mit Dichromatlösung 217
Gidez, L. I., siehe Karnovsky, M. L.
Giever, P. M., siehe Clayton, G. D.
Gifford, C. E. Analyse von Flußspat 86
Gilchrist, R. Überblick über die Methoden zur Trennung der Platinmetalle 293
Gillett, T. R., und Heath, D. W. Weiterentwicklung der Weißzucker-Colorimetrie 377
Giri, K. V. Rundfilterpapierchromatographie 121
Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Papierchromatographische Technik 233
Glegg, R. E., und Eidinger, D. Hydrolyse von Polysacchariden durch Kationenaustauscher 361
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Glenn, R. A., und Peake, J. T. Titration von Phenolestern in Äthylendiamin als Lösungsmittel 364. — Siehe auch Katz, M.
Golden, M. J. Colorimetrische Bestimmung der Stabilität pflanzlicher Öle gegen das Ranzigwerden 457
Goldenson, J., siehe Gehauf, B.
Goldschmidt, L., siehe Frehden, O.
Goldstein, N. P., siehe Roe, J. H.
Goldstone, N. I. Nachweis von Fluor-Ionen 213
Golling, E. Halbquantitative spektrographische Analyse nach Harvey 108
Goodspeed, N. C., siehe Pflaum, R. T.
Gopala Rao, G., siehe Gowda, H. S.
Gora, E. K., und Hickey, F. C. Selbstabsorptionskorrektur bei der ^{14}C-Zählung 299
Gorbach, G., Dedic, G., und Koch, O. G. Bestimmung von Phenol in Bier 375
Gordon, A. H., siehe Consden, R.
Gordon, M., Virgona, A. J., und Numerof, P. Bestimmung des Gesamtpenicillins in Nährlösungen 237
Gotô, H., und Kakita, Y. Photometrische Bestimmung von Zinn in Eisen und Stahl 437
Gotô, H., und Suzuki, S. Mikrobestimmung von Quecksilber und Wismut 153
Gotô, H., und Watanabe, Sh. Bestimmung von Mangan in Eisen und Stahl 441
Gottfried, S. P., Pope, R. H., Friedman, N. H., und di Mauro, S. Papierelektrophoretische Bestimmung der Lipoproteine im Serum 228

Gowda, H. S., Bhaskara, Rao K., und Gopala Rao, G. Bestimmung von Thiosulfat mit Natriumvanadat 209
Graf, M. J., siehe Tye, R.
Graham jr., C. B., siehe Johnson, R. A.
Graham, H. T., siehe Lowry, O. H.
Graham, R. P., Hitchen, A., und Maxwell, J. A. Elektrolytische Abscheidung von Eisen bei der Analyse von Legierungen 438. — Siehe auch Vandalen, E.
Grant, D. W., siehe Vaughan, G. A., sowie White, D.
Grassmann, W., und Hannig, K. Elektrophoretische Technik 123. — Apparatur zur Papierelektrophorese 286
Grassmann, W., Hannig, K., und Knedel, M. Papierchromatographische Technik 232
Grassmann, W., Hörmann, H., und Endres, H. Säulenchromatographische Trennung von Dinitrophenylaminoalkoholen 314
Greenberg, D. M., siehe Kinnory, D. S.
Gregory, J. N., und Mapper, D. Vakuumschmelzapparatur zur Mikrobestimmung gasförmiger Elemente in Metallen 395. — Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff in Beryllium und Zirkonium 396
Gregory, J. N., Mapper, D., und Woodward, J. A. Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen in Metallen 395
Grekov, A. P., siehe Litvenenko, L. M.
Groenewege, M. P., und van Vucht, H. A. Absorptionsmessungen im nahen Ultrarot mit UV-Spektrometer 113
Grove, E. L., siehe Kassner, J. L.
Grube, G., und Grube, H. L. Verhalten von Niob in Wasserstoffperoxydlösung 80
Grube, H. L., siehe Grube, G.
Grunze, H., und Thilo, E. Nachweis von Polyphosphaten nebeneinander 281, 286
Guinier, A., siehe Castaing, R.
Gusjackaja, E. V., und Rusanov, A. K. Spektralanalytische Bestimmung von Hafnium und Zirkonium 156
Gysel, H. Individuelle Schätzungsanomalien beim Wägen 199.— Methoxylbestimmung in verschiedenen Präparaten 304

Haag, T., siehe Kaiser, H.
Hack, H., siehe Franzen, F.
Hackett, C. E. S. Bestimmung kleiner Mengen Kupfer in Mineralölen 452
Hadden, N., siehe Hamner, W. F.
Hafliger, O., siehe Brown, H. C.
Hagerman, D. D., siehe Karnovsky, M. L.
Hagermoser, H. H., siehe Cherney, P. J.
Hahn, F. L. Katalytische Reaktion auf Gold 149
Hahn, F. L., und Luckhaus, R. Ein vorzügliches Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Phosphat und Arsenat 172 [Or]
Hahn, H., Frank, G., Klingler, W., Meyer, A. D., und Störger, G. Darstellung und Eigenschaften von Silberselenid 40
Hahn, H., und Viohl, U. Über eine argentometrische Bestimmung von Selen 40 [Or]
Hahn, R. B., und Straub, C. P. Bestimmung von radioaktivem Strontium und Barium in Wasser 390
Hainberger, L., siehe Feigl, F.
Hainski, Z., siehe Breckpot, R.
Hales, J. L., siehe Coulson, E. A.
Hall, F. M., siehe Steele, M. C.
Hamilton, P. B., und Anderson, R. A. Abtrennung von Ornithin aus Gelatinehydrolysaten 319
Hammar, C. G. B. Bestimmung von Mercaptanen in Gasen neben großen Schwefelwasserstoffmengen 389
Hamner, W. F., Hadden, N., und Padgett II, W. M. Heizbare 50 cm-Gasküvette in der UV-Spektrophotometrie 114
Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Chromatographische Technik 283
Hannig, K., siehe Grassmann, W.
Hansen, G. Photometrische Funktion von Spektralphotometern 109
O'Hara, C. L., siehe Walker, J. K.
Harbin, R., siehe Cherney, P. J.
Hargrave, K. R., siehe Barnard, D.
Harmasch, E. P., siehe Tananaev, N. A.
Harris, F. B., siehe Lowry, O. H.
Harris, F. J., siehe Raistrick, B.
Harris, G., siehe Irving, H.
Harris, W. F., und Sweet, T. R. Komplexometrische Bestimmung von Kobalt 292

Hartman, L. Perjodatmethode in der Glycerinanalyse 459
Hartmann, H., Hofmann, W., und Schulte-Schrepping, K. H. Bestimmung von Sauerstoff in Zink 397
Hartmann, H., Hofmann, W., und Ströhl, G. Mikrobestimmung von Sauerstoff in Zink und Cadmium 397
Hartmann, H., und Ströhl, G. Sauerstoffbestimmung in Zink, Cadmium und Blei 397
Harvey, P. G., und Pearson, R. M. Chromatographische Bestimmung von Kohlenwasserstoffklassen in Erdölprodukten 451
Hasler, M. F., Davidson, E., Orr, H., und Barry, W. H. Aufbau und Arbeitsweise eines Quantometers 105
Hastings, S. H., und Johnson, B. H. Spektralphotometrische Bestimmung von Dialkylsulfiden 308
Heath, D. W., siehe Gillett, T. R.
Heath, P. Schwefelwasserstoffapparat für hohen Druck 141. — Siehe auch Stock, J. T.
Hegemann, W., siehe Franzen, F.
van Heijningen, A. J. M. K., siehe Kemp, A.
Heinemann, B., und Rohr, M. R. Bestimmung von Fett in Milcherzeugnissen mit niedrigem Fettgehalt 380
Henley, L., siehe Larson, T. E.
Herb, S. F. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Fetten und ihren Abkömmlingen 458
den Herder, P. C., und Dijkstra, F. Butyrometrische Bestimmung von Fett in viscosen Zubereitungen 382
den Herder, P. C., und Krol, B. M. Bestimmung von Kupfer in Milch 379. — Siehe auch Krol, B. M.
Heros, M. E., und Amy, L. M. Spektrographischer Nachweis kleiner Mengen von Elementen neben großen Mengen anderer Elemente 110
Hershberger, E. B., und Wolfe, S. K. Extraktionsapparat für die toxikologische Analyse 265
Hessler, W., und Meinhardt, G. Harnstoffeinschlußverbindungen 455
Hewett, D. R., siehe Edgcombe, L. J.
Hickey, F. C., siehe Gora, E. K.
Hiett, T. A., siehe Baker, M. O.
Higashino, T., und Musha, S. Bestimmung von Fluor in Verchromungsbädern 450
Higgins, D. J., siehe Bradbury, F. R.
Higuchi, T., und Rehm, C. R. Bestimmung von Schwefelsäure und Salzsäure nebeneinander 133
Hine, C. H., siehe Fujimoto, J. M.
Hinsvark, O. N., und Stone, K. G. Eisen(II)-perchlorat als Reduktionsmittel für Titrationen in wasserfreiem Eisessig 134
Hintermaier, A. Anwendbarkeit der Perjodat-Methode in der Glycerinanalyse 459
Hiscox, E. R., und Berridge, N. J. Papierchromatographische Bestimmung von Fettsäuren 381
Hiskey, C. F., siehe Palilla, F. C.
Hitchen, A., siehe Graham, R. P.
Hjelte, B. E., siehe Crouthamel, C. E.
Hobkirk, R., siehe Preece, I. A.
Hoeres, K., siehe Bode, F.
Hörhammer, L., und Müller, K. H. Analytik der Flavone 368
Hörmann, H., siehe Grassmann, W.
Hofmann, P., siehe Doležal, J.
Hofmann, W., siehe Hartmann, H.
Holdsworth, E. S. Gerät zur kontinuierlichen Papierelektrophorese von Milchproteinen 228
Holdt, G. Fehlerverringerung bei der quantitativen Spektralanalyse 108
Hollingshead, R. G. W. Oxin und seine Derivate als Fällungsreagentien 140. — Siehe auch Irving, H.
Holman, W. I. M. Colorimetrische Bestimmung von Orthophosphat 287
Holzbecher, Z. Fluorimetrische Methode zum Nachweis und zur Bestimmung von Beryllium 149. — Fluorescenzspektren von 2-(o-Oxyphenyl)-benzthiazol, seinen Ionen und Be- und Zn-Salzen 150
Honeyborne, D. B. Anwendung der Differential-Thermoanalyse bei der Untersuchung von Baustoffen 447
Hopkins, R. L., siehe McKinney, C. M.
Horáková, E., siehe Bultasová, H.
Horton, A. D., siehe Chilton, J. M.
Horton, A. W., siehe Tye, R.
Hostettler, H., und Lehmann, W. Methode sowie Einfluß der Temperatur auf die Fettbestimmung im Rahm 381
Hubicki, W., Frank, B., Dziewaltowski, Cz,. und Sykut, K. Bestimmung von Blei in Blei-Zinnlegierungen 201
Hubicki, W., Frank, B., und Trau, J. Gravimetrische Bestimmung von Blei als Phosphat 201

Hudeček, S. Papierchromatographische Trennung von Phenolalkoholen und einwertigen Phenolen 363
Hübener, H. J., siehe Bode, F.
Hübner, G., und Pfeil, E. Papierchromatographischer Nachweis von Barbituraten 221
Hughes, E. B., und Wise, W. Bestimmung der Anteile von Kaffee und Zichorie in Mischungen 383
Hussey, A. S., Sorensen, J. H., und de Ford, D. D. Ammoniumsulfamat bei der Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 294

Ingber, N., siehe Zall, D. M.
MacIntosh, R. M., siehe McNulty J. S.
Ioffe, B. V., und Moračevskij, A. G. Refraktometrische Analyse ternärer Systeme 115
Irving, H., Hollingshead, R. G. W., und Harris, G. Verwendung von 5-Nitroso-oxin in der Analyse 140
Isagai, K. Bestimmung von Sulfat-Ionen in natürlichem Wasser 393
Isherwood, F. A., und Cruickshank, D. H. Papierchromatographische Trennung von Brenztraubensäure, Oxalessigsäure und α-Ketoglutarsäure in biologischem Material 225, 226. — Siehe auch Hanes, C. S.
Ito, M., siehe Yamaguchi, K.

Jacimirskij, K. B. Komplexverbindungen in der Maßanalyse 197
Jacobs, E. B., siehe Pickering, W. F.
Jacoub, F. B., siehe Volmar, Y.
Jahr, K. F. Verhalten von Titan in Wasserstoffperoxydlösung 80
James, A. T., siehe de Repentigny, J.
James, J. A., und Richards, D. H. Bestimmung von Arsen in Silicium durch Radioaktivierung 398
Jamieson, G. S. Bestimmung von Methylhydrazin mit Jodat 310
Jaminet, F. Papierchromatographische Trennung von pharmazeutisch verwendeten Polymeren des Äthylenoxyds 464
Janecke, H. Nachweis von Antioxydantien in Fett 382
Jankovits, L. Anwendbarkeit von Polyphosphorsäuren als Komplexbildner 138
Jansen, B. C. P. Thiochrommethode zur Bestimmung von Vitamin B_1 385
Jaroslavsky, N. G., siehe Terenin, A. N.
Jaudon, E. Fortschritte in der Analyse von Eisen und Eisenerzen 434
Jaulmes, P. Bestimmung der Gesamtsäure in Wein 372
Jean, M. Photometrische Bestimmung von Silicium 200
Jeanes, A., Wise, C. S., und Dimler, R. J. Papierchromatographische Trennung von Zuckern 361, 362
Jeníčková, A., siehe Suk, V.
Jenkins, E. N. Bestimmung kleiner Mengen Thorium durch Radioaktivierung 160
Jenkins, W. A. Bestimmung von Tritium in Wasser 395
Jentzsch, D., siehe Kandler, D.
Jevinš, A. F., und Ozol, Ja. K. Bestimmung von Kalium 370
Jørgensen, K. Mikrobestimmung von Cyanid 155.
Jørgensen, M. B. Bestimmung von Pepsinogen im Urin 234
Johnson, B. H., siehe Hastings, S. H., sowie Lumpkin, H. E.
Johnson, C. E., siehe Crouthamel, C. E.
Johnson, J. R., und Newman, J. S. Bestimmung der Korngröße granulierter Zucker 376
Johnson, R. A., und Graham jr., C. B. Reproduzierbarkeit der analytischen Waagen 199
Johnston, D., siehe Evans, D. V.
Johnstone, H. F., siehe Gerhard, E. R.
Jones, K. K. Bestimmung des Fettgehaltes von Milcherzeugnissen mit niedrigem Fettgehalt 380
Jones, L. T. Bestimmung von Phosphaten nebeneinander 287
Jordan, D. O. Berechnung des Alkalifehlers von Glaselektroden 118
Jorge, M., und Barceló, J. R. Identifizierung von Chloressigsäuren durch Ramanspektren 314
Joshi, G. V., siehe Airan, J. W., sowie Barnabas, J.
Jungnickel, J. L., siehe Peters, E. D.
Jungreis, E., siehe Bobtelsky, M.
Junkes, J., und Salpeter, E. W. Schnellregistrierphotometer für Spektralaufnahmen 107
Jurány, H. Mikronachweis von Halogenen mit der Beilstein-Probe 302
Jurenka, W., siehe Kurtenacker, A.

Kadič, K., und Řezáč, Z. Bestimmung von Fluorid durch Titration mit Eisen(III)-chlorid 214

Kageyama, M., siehe Tsuji, K.
Kaiser, Ha., und Haag, T. Nachweis von E 605 im Mageninhalt 399
Kaiser, He., und Rosendahl, F. Beobachtungen über Abfunkvorgänge 109
Kaiser, He., und Specker, H. Bewertung und Vergleich von Analysenverfahren 46 [Or]
Kakita, Y., siehe Gotô, H.
Kaláb, D., und Franěk, F. Polarographische Aktivität der Aminosäuren 317
Kalbe, H. Trennung normaler und verzweigter aliphatischer Dicarbonsäuren 315
Kalidas, Ch., siehe Sastri, M. N.
Kalous, V. Elektrophorese von enteiweißten Blutseren 229
Kalvoda, R., Mach, O., und Doležal, J. Oscillographisch-polarographische Analyse 116, 292
Kalvoda, R., und Macků, J. Oscillographische Polarographie 292
Kamada, H., und Tanaka, S. Quantitative Ultrarotanalyse von Substanzen in flüssigem Paraffin 114
Kamamura, A., Okamura, H., und Kaneko, N. Papierelektrophoretische Trennung von Chrom(III)-komplex-Ionen 128
Kandler, D., und Jentzsch, D. Überwachung der Hochfrequenzenergie in spektrochemisch genutzten Funkenstrecken 110
Kanehann, J. A., siehe Childs, E. B.
Kaneko, N., siehe Kamamura, A.
Kaplan, L., siehe Wilzbach, K. E.
Karjakin, A. W., siehe Terenin, A. N.
Karnovsky, M. L., Foster, J. M., Gidez, L. I., Hagerman, D. D., Robinson, C. V., Solomon, A. K., und Villee, C. A. Korrekturfaktoren zur Umrechnung von ^{14}C auf $Ba^{14}CO_3$ 298
Karr jr., C., Weatherford jr., W. D., Kendrick III, T. R., und Capell, R. G. Chromatographische Analyse von rohem Schieferöl 455
Kassner, J. L., Garcia-Porrata, A., und Grove, E. L. Spektralphotometrische Bestimmung von Niob in Stahl 440
Kato, S., siehe Yamaguchi, K.
Katz, M., und Glenn, R. A. Potentiometrische Titration von Phenolestern 364
Katzmann, H., siehe Boltze, K.-H.
Kauko, Y., und Dröger, S. Bestimmung kleiner Mengen Ammoniak in Gasgemischen 389
Kawamura, A., und Okamura, H. Papierelektrophoretische Trennung von Chrom(III)-komplex-Ionen 128
Kawerau, E. Papierelektrophorese von Serum- und Urinproteinen 226
Kay, R. H., siehe Coxon, R. V.
Keen, R. T., siehe Fritz, J. S.
Keiding, N. R., siehe Tuller, E. F.
Keil, B. Photometrische Analyse von Eiweißhydrolysaten 231
Keily, H. J., und Rogers, L. B. Nephelometrische Bestimmung von Sulfat in reinem Calcium-, Natrium- oder Kaliumcarbonat 448
Kemp, A., und van Heijningen, A. J. M. K. Bestimmung von Glucose und Glykogen in Geweben 235
Kendrick III, T. R., siehe Karr jr., C.
McKennis jr., H., und Yard, A. S. Bestimmung von Methylhydrazin 310
Kerckow, F. W. Analyse von Trilon B 241
Kershaw, F. G., siehe Strafford, N.
Kertesz, Z. I., und Lavin, M. I. Bestimmung von Acetylgruppen in Pektinstoffen 382
Keyworth, D. A., und Stone, K. G. Titrationsmethoden mit Kupfer(III)-perjodat oder Kupfer(III)-tellurat 139
Kielhöfer, E., Aumann, H., und Specht, M. Colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure in Wein, Obstwein, Traubensaft und Obstsaft 372
Kiermeier, F., und Pirner, G. Einfluß der Temperatur und der Säurekonzentration auf die Fettbestimmung im Rahm 381. — Siehe auch Seuss, A.
Kimbel, K. H., und Bünte, H. Bestimmung des Gesamteiweißgehaltes von Seren 231
McKinney, C. M., und Hopkins, R. L. Bestimmung von Aromaten in Erdölfraktionen 454
Kinnory, D. S., Takeda, Y., und Greenberg, D. M. Chromatographische Trennung von Carbonsäuren 316
Kinnunen, J., und Merikanto, B. Komplexometrische Bestimmung von Zink und Cadmium 185
Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Komplexometrische Titrationen unter Verwendung von Mn(II)-sulfatlösung zur Rücktitration 137
Kinoshita, M., siehe Oda, T.

Kirsten, W., siehe Berggren, A.
Kis, J., siehe Salgó, É.
Klausmeier, R. E., siehe Gary, N. D.
Klement, R., siehe Sansoni, B.
Klemm, W. Zum 60. Geburtstag 1
Klendshoj, N. C., siehe Feldstein, M.
Klinger, P., und Koch, W. Photometrische Bestimmung von Niob 73
Klingler, W., siehe Hahn, H.
Knedel, M., siehe Grassmann, W.
Knight, H. B., siehe Willits, C. O.
Knobloch. E. Ultrarotspektroskopische Analyse von Stickstoffbasengemischen 456
Kobrle, V., und Zahradník, R. Papierchromatographische Trennung ungesättigter Fettsäuren 313
Koch, Ch. W., siehe Gabourel, J. D.
Koch, O. G., siehe Gorbach, G.
Koch, W., siehe Klinger, P.
Koehler, L. H. Reaktion von Desoxyzuckern mit Anthron-Schwefelsäure 360
Köszegi, D., und Salgó, E. Dikaliumquecksilber(II)-rhodanid als Reagens 356
Kohler, M. Bestimmung von Kalium als Tetraphenyloborat 142
Kolevatova, V. S., siehe Krylov, E. I.
Kolpakova, I. D., siehe Lastovskij, R. P.
Kolšek, J., Perpar, M., und Rauschl, A. Eine photometrische Methode zur Bestimmung kleiner Mengen von Thiophen im Benzol 321 [Or]
Korolev, V. V., siehe Vajnštejn, E. Je.
Korotun, M. V., siehe Babko, A. K.
Koršun, M. O., und Čumačenko, M. N. Bestimmung der Halogene und des Schwefels in organischen Verbindungen 302
Koršunov, B. G., siehe Pluščev, V. E.
Kotásek, Z., siehe Procházka, Ž.
Kountz, W. B., siehe Ackermann, P. G.
Kowkabany, G. N., und Cassidy, H. G. Reproduzierbarkeit der R_f-Werte 341
Kraft, G., siehe Fischer, J.
Krebs, M., siehe Rangier, M.
Kriege, O. H., siehe MacNevin, W. M.
Krjuger, G., Švangiradze, R. R., und Mozgovaja, T. A. Spektralanalytische Bestimmung von Hafnium im Zirkonium 157
Krjukov, P. A., und Rengarten, E. V. Mikrobestimmung von Kohlenstoff in Metallen 396
Krjukov, V. G., siehe Alimarin, I. P.
Krol, B. M., und den Herder, P. C. Bestimmung von Kupfer in Milch und Trockenmilch 379. — Siehe auch den Herder, P. C.
Kromrey, W. Veronalnatriumpufferlösung für die Eiweißpapierelektrophorese 229
Krumholz. P., und Watzek, H. Katalytische Reaktion auf Gold 149
Krylov, E. I., Kolevatova, V. S., und Samarina, V. A. Polarographische Untersuchung schwefelsaurer Titan- und Nioblösungen 202
Kržižova, E., siehe Pleticha, R.
Kunkel, H. G., und Slater, R. J. Elektrophoretische Technik 125
Kuntze, K., und Duda, H. Reinheitsprüfung von Kohlendioxyd 221
Kurandt, H.-F., siehe Asmus, E.
Kurtenacker, A., und Jurenka, W. Acidimetrische Bestimmung von Fluorid 213
Kurtenacker, H., siehe Lang, R.
Kuznecov, V. I., und Budanova, L. M. Persulfatmethode zur Bestimmung von Mangan 444
Kuznecov, V. I., Obožin, V. N., und Palšin, Je. S. Fällung von Wolfram in organischen Mitfällungsmitteln 212
Kvaček, J., siehe Šilhanová, V.

Lábler, L., siehe Procházka, Ž.
Lacomble, M., und Dor, L. Vergleich der analytischen und spektralen Methoden zur Bestimmung von Aluminium in Stahl 437
Lacourt, A. Bestimmung von Sauerstoff nach Unterzaucher 300
Lady, J. H., siehe Dean, J. A.
MacLagan, N. F., siehe Bowden, C. H.
Laitinen, H. A., und Burdett, L. W. Amperometrische Titrationen verschiedener Phosphate 290
Lambert, J. L., und Yasuda, S. K. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Chlor-Ionen 215
Lampe, H. W., siehe Quimby, O. T.
Landergren, S., und Muld, W. Spektrochemische Analyse feurigflüssiger Gesteine, Sedimente und Erze 105
Landqvist, N. Alkalifehler der Glaselektrode 118
Lang, G., siehe Seuss, A.

Lang, K. Guajakreaktion zur Prüfung der Milch auf Hocherhitzung 379
Lang, R., und Fürstenau, I. Bestimmung von Eisen in Gegenwart oxydabler Ionen 258
Lang, R., und Kurtenacker, H. Oxydimetrische Bestimmung von Thiosulfat 209
Langmyhr, F. J. Photometrische Bestimmung von Niob 73
Larson, T. E., und Henley, L. Bestimmung von Säuren und Alkalien in ionenarmem Wasser 390
Laskowski, D. E., und McCrone, W. C. S-Wert in der Papierchromatographie 340
Lastovskij, R. P., Vajnštejn, Ju. I., Djatlova, N. M., Temkina, V. Ja., und Kolpakova, I. D. Neue Komplexone 137
Lavin, M. I., siehe Kertesz, Z. I.
Lazarević, D. P. Quecksilberzelle zur kathodischen Trennung von Elementen 117
Lazarus, W., und Newlove, T. H. Bestimmung von Trimethylenglykol in rohem Glycerin 460
Leclerq, R., und Mathé, J. Bestimmung von Stickstoff in Nitrocellulose 461
Leddicotte, G. W., siehe Mahlman, H. A.
Lederer, M. Trennung von Orthophosphat-Ionen von Kationen durch Papierchromatographie 278
Lehmann, W., siehe Hostettler, H.
Leopoldi, G., siehe Fischer, H.
Lessmann, O., siehe Dreyer, H., sowie Ensslin, F.
de Ley, J. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von 2-Ketogluconatphosphorsäureester 369
Lindner, K. Erkennung des Umschlags von Indicatoren in gefärbten Lösungen 131
Lindqvist, B., und Storgards T. Papierchromatographische Bestimmung von Fettsäuren 381
Ling, N.-S., siehe Bock, R. M.
Litvenenko, L. M., und Grekov, A. P. Mikrobestimmung primärer aromatischer Amine durch Titration mit Natriumnitrit 316
Löffler, J. Bestimmung von Zirkoniumoxyd in Gläsern und feuerfesten Erzeugnissen 447
Løken, F. Bestimmung von Kreatinin im Plasma 233
Loriers, J. Trennung der Yttererden durch Ionenaustausch 154
Lowe, E. J., siehe Raistrick, B.
Lowry, O. H., Graham, H. T., Harris, F. B., Priebat, M. K., Marks, A. R., und Bregman, R. U. Chemische Messung von Histamin in Blutplasma 239
Luckhaus, R., siehe Hahn, F. L.
Lüscher, E. Verwendung des Röntgenstrahlenquantometers für analytische Zwecke 115
Lugg, G. A. Colorimetrische Bestimmung von Methylbromid in der Luft 387
Lumpkin, H. E., und Johnson, B. H. Identifizierung von Verbindungen in der Schwerölfraktion eines Erdöls 452
Lundberg, W. O., und Chipault, J. R. Bestimmung organischer Peroxyde 306
Lyons & Co. Bestimmung der Anteile von Kaffee und Zichorie in Mischungen 383

Mabis, A. J., und Quimby, O. T. Röntgenographische Bestimmung von Pyro- und Triphosphat 290. — Siehe auch Quimby, O. T.
Macek, K., und Přibil, R. Elektrophoretische Trennung anorganischer Stoffe 126
Mach, O., siehe Kalvoda, R.
Macheboeuf, M., siehe Munier, R.
Macků, J., siehe Kalvoda, R.
Magnin, P., siehe Wolff, R.
Mahlman, H. A., und Leddicotte, G. W. Bestimmung von Uran in verschiedenen Produkten durch Aktivierung 213
Mahr, C., und Denck, W. Gravimetrische Goldbestimmung 67 [Or]
Mainka, E., siehe Eichhoff, H.-J.
Majumdar, A. K., und De, A. K. Bestimmung von Cadmium mit 5,6-Benzochinaldinsäure 152
Maki, M. Elektrophoretische Trennung anorganischer Ionen durch unterschiedliche Komplexbildung 127. — Elektrophoretische Beweglichkeit von Barium-, Blei-, Eisen(III)- und Quecksilber(II)-Ionen 128
Malát, M., siehe Suk, V.
Malmberg, E. W. Teilchengröße und chromatographische Aktivität der Kieselsäure 119
Malmberg, E. W., Trueblood, K. N., und Waugh, Th. D. Nachweis und Bestimmung von Verunreinigungen in Hexogen 462

Malmstadt, H. V., und Roberts, C. B. Coulometrische Bestimmung von Vanadium 205
Mangan, J. L. Entfernung von Thiosulfat bei der Wasseranalyse 393
Mannheimer, W. A., siehe Feigl, F.
Mapper, D., siehe Gregory, J. N.
Mapstone, G. E. Bestimmung von Schwefel in Benzin nach dem Sommer-Test 453
Marcia, J. A., siehe Burr jr., W. W.
Margoshes, M., und Fassel, V. A. Ultrarotspektroskopische Bestimmung des Verhältnisses von Phenyl- zu p-Tolylgruppen in Tetraarylsilanen und Hexaaryldisilanen 362
Margreiter, H., siehe Brunner, R.
Marín-Malumbres, J. L., siehe Buscaróns, F.
Marks, A. R., siehe Lowry, O. H.
Marple, T. L., und Rogers, L. B. Quecksilberbedeckte Platinelektrode in der Chromatographie 317
Marshall, L. R., siehe Donaldson, K. O.
Marten, G., und Gassmann, R. Rundfilterchromatographische Reinheitsprüfung von Thiaminpräparaten 385
Marti, W. Analyse von Legierungen mit Eisen-, Nickel- oder Kobaltbasis 106
Martin, A. J. P. R_f-Werte und Zahl der Kohlenstoffatome bei organischen Säuren 315. — Siehe auch Consden, R.
Martin, E. C. Trennung von Nickel und Chrom durch Rundfilterchromatographie 437
Martin, R. B. Jodometrische Bestimmung von Kupfer neben Eisen 146
Martinovich, R. J., siehe Surak, J. G.
Marvel, C. S., und Rands, R. D. Chromatographische Technik 382
Master, R. W. P., siehe Airan, J. W.
Mathé, J., siehe Leclerq, R.
Matsuo, H., siehe Shinagawa, M.
Maume, Dulac und Bouat. Bestimmung von Orthophosphorsäure 277
di Mauro, S., siehe Gottfried, S. P.
Maxwell, J. A., siehe Graham, R. P.
Mázor, L. Abgeändertes Verfahren zur Bestimmung von Sauerstoff nach Unterzaucher 301
Mead, T. H. Apparatur zur zweidimensionalen Papierelektrophorese von Aminosäuren 317
Mehl, J. H., und Winzler, R. J. Elektrophoretische Untersuchung von Blutserum 229. — Siehe auch Winzler, R. J.
Meier, D. J., Myers, R. J., und Swift, E. H. Coulometrische Titration mit amperometrischer Endpunktsanzeige 209
Meinhardt, G., siehe Hessler, W.
Meinke, W. W., siehe Sunderman, D. N.
Melaven, D. Quecksilberzelle zur kathodischen Trennung 117
Melnick, L. M., und Freiser, H. Extraktion von Kupfer(II)-thiocyanat mit Tributylphosphat 147
Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.
Mew, W. E., Smith, F. H., und Wood, J. Entmischungen und Absonderungen aus Aluminiumlegierungen bei Gußelektroden für spektrographische Zwecke 397
Meyer, A. D., siehe Hahn, H.
Mikula, J. J., und Codell, M. Polarographische Bestimmung einzelner Metalle in Titanlegierungen 432
Miller, J. F., siehe Drushel, H. V.
Miller, W. J. Bestimmung von freiem und gesamtem Gossypol 463
Milner, G. W. C., Barnett, G. A. und Smales, A. A. Bestimmung von Niob und Tantal in Uran und Zirkoniumlegierungen 434
Miyamoto, M., siehe Oka, Y.
Moelants, L. J., und Wesenbeek, W. Ursachen des Blindwertes bei der Sauerstoffbestimmung nach Unterzaucher 301
Monaghan, P. H., Moseley, P. B., Burkhalter, T. S., und Nance, O. A. Zonendetektor für Säulenchromatogramme 122
Monkman, J. L. Identifizierung von Staubteilchen in der Luft 388
Monnier, D., und Rüedi, W. F. Polarographische Bestimmung von Alkohol im Blut 225. — Siehe auch Wenger, P.-E.
Monnot, G. A. Spektralanalyse nichtleitender Pulver 105
Moore, S., und Stein, W. H. Färbung von Elektropherogrammen 318
Moračevskij, A. G., siehe Ioffe, B. V.
Moreau, R. C. Volumetrische Bestimmung von Thiobenzophenon und Xanthion 366
Morita, H., und Rice, H. M. Differentielle Thermoanalyse zur Charakterisierung organischer Substanzen 303

Morvay, J., siehe Salgó, É.
Moseley, P. B., Le Rosen, A. L., und Carlton, J. K. R_f-Werte und Zusammensetzung des Elutionsmittels bei der Adsorptionschromatographie 119. — Siehe auch Monaghan, P. H.
Mosto, O. V. Photocolorimetrische Bestimmung von Fibrin 234
Mozgovaja, T. A., siehe Krjuger, G.
Müller, F. W. Bestimmung von Ascorbinsäure in Weinen und Fruchtsäften 374
Müller, K. H., siehe Hörhammer, L.
Mukoyama, T., Ono, T., und Shibata, A. Schnelle Bestimmung von Mangan in Eisen und Stahl 442
Muld, W., siehe Landergren, S.
Mullaly, M. A. C. Bestimmung von Dibutylphthalat in Treibladungen 460
Mullin, J. B., und Riley, J. P. Rückgewinnung von Chloroform, das bei der Dithizonextraktion verwendet wurde 140. — Spektrophotometrische Bestimmung von Nitrat in natürlichen Wässern 392
Munier, R., und Macheboeuf, M. Toxikologischer Nachweis von Alkaloiden 266
Muraoka, S., und Takagi, Y. Papierelektrophoretische Trennung von Canavanin und Arginin 320
Murata, K. J., siehe Dutra, C. V.
Musha, S., siehe Higashino, T.
Musil, A., und Theis, M. Bestimmung von Eisen(III)-Ionen gegen Chromazurol S 421
Myers, R. J., siehe Meier, D. J.

Nakamura, S., siehe Tsuji, K.
Nance, O. A., siehe Monaghan, P. H.
Nazarenko, V. A., und Birjuk, E. A. Colorimetrische Bestimmung von Vanadium 206
Neeb, K.-H., siehe Dewald, W.
Neish, A. C. Gravimetrische Bestimmung von Thorium mit m-Nitrobenzoesäure 160
Neish, W. J. P. Polarographie von Phenylglyoxylsäure 116
Nejman, M. B. Polarographische Bestimmung von Saccharin 367
Netherton, L. E., Wreath, A. R., und Bernhart, D. N. Bestimmung von Ortho-, Pyro- und Triphosphat nebeneinander 288
Neumann, W. P., siehe Fahr, E.
MacNevin, W. M., und Kriege, O. H. Komplexometrische Bestimmung von Palladium 292
Newlove, T. H., siehe Lazarus, W.
Newman, J. S., siehe Johnson, J. R.
Nier, A. O. Massenspektroskopische Untersuchung isotopischer Massen 116
Nihlén, H., siehe Ericson, L.-E.
Nippoldt, B. W., siehe Freier, H. E.
Nishimura, M., siehe Uzumasa, Y.
Nitschké, E. Colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure 372
Nordling, W. D. Bestimmung kleiner Mengen Silber in raffiniertem Wismut 433
Norris, M. V., siehe Averell, P. R.
McNulty, J. S. Coulometrische Bestimmung von Selen 209
McNulty, J. S., Center, E. J., und MacIntosh, R. M. Coulometrische Bestimmung von Selen 209
Numerof, P., siehe Gordon, M.

Obata, S., siehe Fukamauchi, H.
Obožin, V. N., siehe Kuznecov, V. I.
Oda, T., Kinoshita, M., Yamanaka, O., und Ueda, F. Papierchromatographische Zerlegung von Colistin in seine Komponenten 239
Oelschläger, W. Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium in Heu und anderen pflanzlichen Substanzen 190 [Or]
Österholm, K., siehe Ringbom, A.
Ogburn jr., S. C. Fällung von Platin mit α-Furyldioxim 293
Oka, Y., und Miyamoto, M. Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen(II) mit Nitroso-R-Salz 217
Okamura, H., siehe Kamamura, A., sowie Kawamura, A.
Olson, E. C., und Elving, P. J. Amperometrische Bestimmung von Zirkonium in flußsäurehaltigen Lösungen 156
Olson, P. B., siehe Freier, H. E.
Onishi, H. Nachweis von Gallium mit Rhodamin B 154
Ono, T., siehe Mukoyama, T.
Oosterhuis, H. K. Färbung und Extraktion von Eiweißpherogrammen 229
Oosterhuis, H. K., Prins, G., und Verleur, H. Färbung von Eiweißpherogrammen mit Amidoschwarz 229
Oreskes, I., siehe Saifer, A.
Orr, H., siehe Hasler, M. F.
Ozol, Ja. K., siehe Jevinš, A. F.

Padgett II, W. M., siehe Hamner, W. F.

Paige, H. H., siehe Taylor, A. E.
Palilla, F. C., Adler, N., und Hiskey, C. F. Photometrische Bestimmung von Niob 73
Palšin, Je. S., siehe Kuznecov, V. I.
Pan, S. C. Gleichzeitige Bestimmung von Penicillin und Penicillinsäure in Gärflüssigkeiten 237
Parkhouse, D. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Wasser 207
Partridge, M. S., und Westall, R. G. Anfärbung von Zuckern auf Papierchromatogrammen 319, 362
Pate, B. D., siehe Smales, A. A.
Patterson, W. I., siehe Ramsay, L. L.
Paul, S. D., siehe Verma, M. R.
Pauly, H. Bestimmung von Histidin 232
Paxton, R. R., siehe Pond, R. L.
Peake, J. T., siehe Glenn, R. A.
Pearson, R. M., siehe Harvey, P. G.
Pedley, J. T., siehe Westman, A. E. R.
Penfield, S. L. Schnellbestimmung von Wasser in Gesteinen 446
Perpar, M., siehe Kolšek, J.
Pesez, M., und Petit, A. Bestimmung von Hydrazin 310
Peškova, V. M. Einfluß des Molekülbaus eines Oxims auf die Eigenschaften seiner Metallverbindungen 198
Peters, E. D., und Jungnickel, J. L. Bestimmung von Wasser mit dem Karl-Fischer-Reagens 141
Petersen, H., siehe Frank, H.
Petit, A., siehe Pesez, M.
Petropavlovskaja, I. B., siehe Finkelštejn, D. N.
Petzold, A. Notizen zur Cerimetrie. I. Die cerimetrische Titration sehr kleiner Mengen zweiwertigen Eisens in Gegenwart einiger oxydabler Ionen 258 [Or]
Pfeiffer, H., und Diller, H. Erfahrungen in der toxikologischen Analyse, insbesondere mit dem Verfahren von Feldstein und Klendshoj 264 [Or]
Pfeiffer, P., und Schmitz, E. Beständigkeit der Komplexe in Pufferlösungen 248, 420
Pfeil, E., siehe Hübner, G.
Pflaum, R. T., Popov, A. I., und Goodspeed, N. C. Spektrophotometrische Kupferbestimmung mit Cuproin 146
Pfleiderer, G., siehe Wieland, Th.
McPhee, J. R., siehe Cecil, R.
Phillips, J. H., siehe Stoffer, K. G.
Pickering, W. F. Colorimetrische Bestimmung von Titan 136
Pickering, W. F., und Jacobs, E. B. Einfluß von Komplexbildungen auf die papierchromatographische Wanderungsgeschwindigkeit der Ionen 120
Pirner, G., siehe Kiermeier, F.
Plein, E. M., und Dewey, B. T. Identifizierung sekundärer aliphatischer Amine 310
Pleticha, R., und Kržižova, E. Polarographische Bestimmung von Nitraten und Nitriten in Pökelsalz und -lake von Fleisch 384
Pluščev, V. E., und Koršunov, B. G. Bestimmung von Cäsium als Cäsiumwismutjodid 144
Pohl, F. A. Zur photometrischen Bestimmung von Brom als Tetrabromfluorescein 68 [Or]
Pohloudek-Fabini, R., siehe Täufel, K.
Pond, R. L., und Paxton, R. R. Messung der aus der Atmosphäre herabfallenden Staubmenge 387
Pons, W. A., und Mitarb. Bestimmung von Gossypol 463
Pope, R. H., siehe Gottfried, S. P.
Popov, A. I., siehe Pflaum, R. T.
Porter, C. C. Farbreaktionen aromatischer Mononitroverbindungen 365
Porter, P., und Wyld, G. Beseitigung von Störungen in der Flammenphotometrie 111
Post, B. G., siehe Baker, M. O.
Potter, E. C. Fehlerquellen bei der Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 207
Preece, I. A., und Hobkirk, R. Trennung wasserlöslicher Polysaccharide aus Getreide 361
Preedy, J. R. K. Fällung von Dextran vor der Inulinbestimmung 235
Preissner, R., siehe Scharrer, K.
Presnell, A. K. Mörser für die Zerkleinerung des Mineral-Öl-Mulls für die Ultrarotspektroskopie 114
Presting, W., und Boenke, R. Bestimmung von Paraffinen in Vaselinen durch Harnstoffeinschlußverbindungen 455
Přibil, R. Anwendung von Komplexon IV 135. — Qualitative Analyse in Gegenwart von Komplexonen 134. — Störungen bei der colorimetrischen Wismutbestimmung 327. — Siehe auch Macek, K., sowie Šír, Z.

Přibil, R., und Schneider, P. Fällung von Titan in Gegenwart von Komplexon 136
Price, W. C. Ultrarotspektroskopie in der pharmazeutischen Analyse 221
Priebat, M. K., siehe Lowry, O. H.
Prieto-Bonza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.
Prins, G., siehe Oosterhuis, H. K.
Prior, A. P., und Whitehead, T. P. Enteiweißen von biologischen Flüssigkeiten 233
Pristera, F., und Castelli, A. Ultrarot-Gasstandards von Äther und Alkohol 114
Procházka, Ž., Lábler, L., und Kotásek, Z. Papierchromatographischer Nachweis lipophiler steroider Amine 369
Pucher, G. W., Sherman, C. C., und Vickery, H. B. Pentabromacetonverfahren zur Bestimmung von Citronensäure 373
Püschel, R., siehe Flaschka, H.
Pulpán, R., siehe Tomíček, O.
Pungor, E., und Zapp, E. E. Flammenphotometrische Bestimmung der Alkalimetalle 145
Purr, A. Bestimmung von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 383
Pusey, N. W., siehe Tillson, E. K.

Quastel, J. H., siehe Braganca, B. M.
Quimby, O. T., Mabis, A. J., und Lampe, H. W. Radiochemische Bestimmung von Triphosphat und Pyrophosphat nebeneinander 290, 291. — Siehe auch Mabis, A. J.
Quiram, E. R. Schwefelbestimmung in flüchtigen Kohlenwasserstoffen nach der Lampenmethode 453

Radema, L. Bestimmung von Fett in Milcherzeugnissen mit niedrigem Fettgehalt 380
Rády, G., siehe Erdey, L.
Raistrick, B., Harris, F. J., und Lowe, E. J. Bestimmung von Phosphaten 288
Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.
Ramsay, L. L., und Patterson, W. I. Kieselsäure für chromatographische Zwecke 119
Rands, R. D., siehe Marvel, C. S.
Rangier, M., und Krebs, M. Bestimmung von Ammoniak in Urin 223
Rangier, M., und Thiroux, G. Bestimmung von Ammoniak in Plasma 223
Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.
Rauschl, A., siehe Kolšek, J.
Rehm, C. R., siehe Higuchi, T.
Reilley, C. N., und Crawford, C. M. Prinzip der Präzisionscolorimetrie 129
Reinhart, J., siehe Whitnack, G. C.
Reinwein, H., siehe Schiedt, U.
Reiss, R. Bestimmung des n-Paraffingehaltes in Vaseline 455
Reitsema, R. H., „Chromatoplate"-Verfahren 363
Rengarten, E. V., siehe Krjukov, P. A.
de Repentigny, J., und James, A. T. Chromatographische Trennung der Aminofluorescein-Isomeren 369
Resch, G., siehe Freier, R.
Resnikow, I. G., und Farber, E. L. Perjodat-Methode in der Glycerinanalyse 459
Řezáč, Z., siehe Kadič, K.
Ricard, R. Analyse von Silicaten im Gleichstromlichtbogen 104
Ricca, B., und d'Amore, G. Spektrophotometrische Bestimmung von Molybdän 210
Ricciuti, C., Coleman, J. E., und Willits, C. O. Statistischer Vergleich der Bestimmungsmethoden für organische Peroxyde 305. — Siehe auch Willits, C. O.
Rice, H. M., siehe Morita, H.
Richards, D. H., siehe James, J. A.
Riddick, J. A., Toops jr., E. E., Wieman, R. L., und Cundiff, R. H. Charakterisierung von Dextran 378
Riemenschneider, R. W. Bestimmungsmethoden der Fettzusammensetzung 457
Rientsma, L. M., und Westerdijk, J. B. Einzelstrahlspektrometer zur Registrierung von Intensitätsverhältnissen 108
Riley, J. P., siehe Mullin, J. B.
Ringbom, A., und Österholm, K. Differentialmethode für die Präzisionscolorimetrie 130
Ringbom, A., Sitonen, S., und Vänninen, E. Titration von Kupfer(II) mit Äthylendiamintetraessigsäure 422
Rist, C. E., siehe Wise, C. S.
Ritter, W. Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren in milchwirtschaftlichen Produkten und Bakterienkulturen 381
Roberts, C. B., siehe Malmstadt, H. V.

Robinson, C. V., siehe Karnovsky, M. L.
Rockland, L. B., siehe Underwood, J. C.
Roe, J. H., Epstein, J. H., und Goldstein, N. P. Bestimmung von Inulin in Plasma und Urin 235
Rogers, L. B., siehe Keily, H. J., sowie Marple, T. L.
Rohr, M. R., siehe Heinemann, B.
Romeike, A. Toxikologischer Nachweis von Alkaloiden 266
Rose, A., und Sanders, W. W. Rührer für gleichmäßiges Sieden bei Vakuumdestillationen 140
Le Rosen, A. L., siehe Moseley, P. B.
Rosendahl, F., siehe Kaiser, He.
Rosenthal, H. L. Fluorimetrische Bestimmung von N^1-Methylnicotinamid 369
Rosenthaler, L., und Vegezzi, G. Farbreaktion von Gärungsprodukten 370
Rost, F. Analyse von Silicaten im Wechselstrombogen 104
Roth, H. Thiochrommethode zur Bestimmung von Vitamin B_1 385
Rowley, K., und Swift, E. H. Mikrobestimmung von Selen 209
de la Rubia-Pacheco, J., und Blasco-López-Rubio, F. Turbidimetrische Bestimmung von Kalium mit Kalignost 144
Rüedi, W. F., siehe Monnier, D., sowie Wenger, P.-E.
Ruffoni, A., siehe Garetto, G.
Rusanov, A. K., siehe Gusjackaja, E. V.
Rutter, L. Rundfilterpapierchromatographie 121

Sadek, F., siehe Flaschka, H.
Saifer, A., und Oreskes, I. Rundfilterpapierchromatographie 312
Saito, T., siehe Sugihara, K.
Salgó, E. Farbreaktion von Adrenalin 355. — Siehe auch Köszegi, D.
Salgó, É., Kis, J., und Morvay, J. Photometrische Bestimmung des Adrenalins mit Dikaliumquecksilber-(II)-tetrarhodanid 355 [Or]
Salpeter, E. W., siehe Junkes, J.
Samarina, V. A., siehe Krylov, E. I.
Sanders, W. W., siehe Rose, A.
Sansoni, B., und Klement, R. Papierelektrophoretische Trennung kondensierter Phosphate 286
Sard, B. A., und Ungar, J. Bestimmung der Alkalität und der Gesamtkationen in Wasser 390
Sastri, M. N., und Kalidas, Ch. Rapid Volumetric Method for the Estimation of Iron in Presence of Interfering Ions 181 [Or]
Savary, P., und Desnuelle, P. Chromatographische Analyse von Fettsäuren sowie Mono-, Di- und Triglyceriden 311. — Chromatographische Trennung ungesättigter Fettsäuren 313
Schäfer, H., und Schulte, F. Studie zur photometrischen Bestimmung des Niobs als Peroxyverbindung. Beiträge zur Chemie der Elemente Niob und Tantal. XVI 73 [Or]
Schantz, E. J., siehe Warshowsky, B.
Scharrer, K., und Preissner, R. Abwandlung der Thiochrommethode zur Bestimmung von Vitamin B_1 385
Scheunemann, B. Bestimmung der Aminosäuren in Speisewürzen 378
Schiedt, U., und Reinwein, H. Methode der UR-Spektroskopie 112
Schmidt, A., siehe Fischer, W.
Schmidt, G., siehe Schwerd, W.
Schmidt, H., siehe Dewald, W.
Schmitz, E., siehe Pfeiffer, P.
Schneider, J., siehe Wobisch, F.
Schneider, P., siehe Přibil, R.
Schoenheimer, R., und Sperry, W. M. Bestimmung von Cholesterin und seinen Estern 228
Schöniger, W. Schnellmethoden der organischen Mikroanalyse 293. — Mikrobestimmung von Stickstoff in organischen Substanzen 299
Scholz, H. Vermeidung von Fehlerquellen bei der Gasanalyse nach Orsat 198
Schryver, S. B. Formaldehydreagens auf Hexogen 463
Schucher, R., siehe Braganca, B. M.
Schulte, F., siehe Schäfer, H.
Schulte-Schrepping, K. H., siehe Hartmann, H.
Schwarz, K. Verbesserung der Soxhlet-Extraktionsapparatur 199
Schwerd, W., und Schmidt, G. Prüfung auf Insecticide im Mageninhalt 266
Scott, A. E., siehe Westman, A. E. R.
Scott, R. W. Chromatographische Trennung nichtflüchtiger organischer Säuren 312
Sen, B. N. Chromatographische Trennung anorganischer Ionen an entfaserten Jutestengeln 122

Seuss, A., Kiermeier, F., Lang, G., und Teufel, H. Einfluß der Ausführung der Extraktion auf die Fettbestimmung in Milch 380
Ševaleevskij, I. D., siehe Vajnštejn, E. Je.
Shaefer, W. E., und Becker, W. W. Bestimmung von Stickstoff in Nitrocellulose und von Nitrocellulose und Phthalat in Lacken 461
Shakespear, A. Katharometer 198
Shanahan, C. E. A. Physikochemische Betrachtungen zu Metallfällungen und -trennungen 140
Shapiro, L., und Brannock, W. W. Automatische photometrische Titration von Calcium und Magnesium in Carbonatgesteinen 444. — Schnellbestimmung von Wasser in Silicatgesteinen 446
Sher, I. H., siehe Adlersberg, D.
Sherman, C. C., siehe Pucher, G. W.
Shettles, L. B., siehe Dische, Z.
Shibata, A., siehe Mukoyama, T.
Shinagawa, M., Matsuo, H., und Yoshida, M. Zusammensetzung von Triphenylselenoniumjodobismutit 205
Shipe, W. F. Identifizierung von Fetten durch Fraktionierung der Fettsäuren als Harnstoff-Einschlußverbindungen 458
Shoemaker, C. E. Polarographische Bestimmung von Fluorid- und Eisenspuren in radioaktiven Lösungen 214
Shute, J. M., siehe Smith, S. B.
Sidorova, A. I., siehe Terenin, A. N.
Sierra, F., und Abrisqueta, C. Bestimmung von Kupfer als Kupferquecksilberrhodanid 145
Šilhanová, V. Prüfung der Zusammensetzung von Edelmetallgegenständen 443
Šilhanová, V., und Kvaček, J. Prüfung der Zusammensetzung von Edelmetallgegenständen 443
Silverman, L., und Bradshaw, W. Identifizierung von Diphenyl, Terphenylen und Polyphenylen 362
Singh, B., und Singh, R. Bestimmung von Thiosulfat mit Vanadat 209
Singh, R., siehe Singh, B.
Sinha, S. K. Potentiometrische Titrationen an Membranelektroden aus Ionenaustauscherharz 118
Sinjakova, D. I. Bedeutung der Komplexone in der analytischen Chemie 134
Šír, Z., und Přibil, R. Komplexometrische Bestimmung von Eisen, Aluminium und Titan mit Komplexon IV 136
Sirotenko, A. A. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 301
Sitonen, S., siehe Ringbom, A.
Skoog, D. A., und Bartlett, J. K. Bestimmung von elementarem Schwefel in Acetonlösungen 207
Skrabal, R. Bestimmung kleinster Mengen von Alkohol 306
Slater, R. J., siehe Kunkel, H. G.
Smales, A. A., und Pate, B. D. Bestimmung von Arsen in Silicium 398. — Siehe auch Milner, G. W. C.
Smith, F. H., siehe Mew, W. E.
Smith, S. B., und Shute, J. M. Aluminiumnachweis mit „Aluminon" 154
Smyth, I., siehe Winzler, R. J.
Sobotka, H., siehe Adlersberg, D.
Soliva, M. Theorie und Anwendung der Komplexbildner 196
Solomon, A. K., siehe Karnovsky, M. L.
Somasundaram, K. M., und Suryanarayana, C. V. Bestimmung von Eisen(II) mit Permanganat 216
Somogyi, M. J. Phosphatmethode zur Bestimmung des Durchschnittsmolekulargewichtes von Dextran 378
Sorcina, D. Fraktionssammler für die Säulenchromatographie 119
Sorensen, J. H., siehe Hussey, A. S.
Sorensen, P. Herstellung und Messung fester, mit ^{36}Cl indizierter Präparate 304. — Bestimmung von Hydroxyl- und Aminoverbindungen mittels einer Chlor-36-Isotopenverdünnungsmethode 303
Specht, F. Über die Untersuchung des Flußspats und über einen Vorschlag für die Aufstellung einer deutschen Standardmethode für die Flußspatanalyse 85 [Or]
Specht, M., siehe Kielhöfer, E.
Specker, H. Aufbau, Wirkungsweise und analytische Anwendbarkeit von Ionenaustauschern 128. — Siehe auch Kaiser, He.
Specker, H., und Bankmann, E. Beitrag zur Aluminium-Galliumtrennung 97 [Or]
Spengler, G., Wöllner, E. Bestimmung von Paraffin in Wachsen und Wachsverschnitten 456
Sperry, W. M. Bestimmung von lipoidgebundenem Phosphor 228. — Siehe auch Schoenheimer, R.
Spielmann, I., siehe Brunner, R.

Sporek, K., und Williams, A. F. Kaliumbestimmung mit Kalignost 143
Štauberg, I. F., siehe Vajnštejn, E. Je.
Steele, M. C., und Hall, F. M. Bestimmung von Titan und Vanadin nebeneinander im Stahl 439
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Stock, J. T., und Heath, P. Schwefelwasserstoffapparat 141
Störger, G., siehe Hahn, H.
Stoffer, K. G., und Phillips, J. H. Bestimmung von Kohlenstoff in Natrium-Kaliumlegierungen 396
Stone, K. G., siehe Hinsvark, O. N., sowie Keyworth, D. A.
Stonemann, J. P., siehe Bradbury, F. R.
Storgards, T., siehe Lindqvist, B.
Stouffer, J. E., siehe Baker, L. C. W.
Strafford, N., Wyatt, P. F., und Kershaw, F. G. Trennung kleiner Mengen Arsen, Kupfer und Wismut von Blei und Zink 205
Straub, C. P., siehe Hahn, R. B.
Ströhl, G., siehe Hartmann, H.
Struthers, G. W., siehe Childers, E.
Sudô, E. Spektrophotometrische Bestimmung von Blei, Silber, Quecksilber, Cadmium und Arsen(III) 201
Sugihara, K., und Saito, T. Polarographische Bestimmung von Spuren Blei in analysenreinem Natriumchlorid 448
Suk, V., Malát, M., und Jeníčková, A. Komplexometrische Bestimmung von Kupfer mit Brenzcatechinsulfophthalein als Indicator 417
Sulser, H. Mikrobestimmung von Inosit, Colamin, Serin und Cholin in Weizenkeimen 384
Sunderman, D. N., und Meinke, W. W. Abtrennung von radioaktivem Silber aus Lösungen 148
Surak, J. G., und Martinovich, R. J. Rundpapierchromatographische Trennung der Kationen in der qualitativen Analyse 120
Suryanarayana, C. V., siehe Somasundaram, K. M.
Susano, C. D., siehe Cogbill, E. G.
Suzuki, S., siehe Gotô, H.
Svach, M. Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse I. Photometrische Wismutbestimmung 325 [Or]. — Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse II. Photometrische Thoriumbestimmung 414 [Or]. — Über die Anwendung des Brenzcatechinsulfophthaleins in der colorimetrischen Analyse III. Photometrische Kupferbestimmung 417 [Or]
Švangiradze, R. R., siehe Krjuger, G.
Svejda, H. Neue Elektrodenform für Lösungsspektralanalyse 104
Svensson, H. Elektrophoreseapparatur nach Tiselius 386
Svensson, H., und Brattsten, I. Elektrophoretische Technik 123
Sweet, T. R., siehe Harris, W. F., sowie Young, A.
Swern, D., siehe Willits, C. O.
Swift, E. H., siehe Meier, D. J., sowie Rowley, K.
Sykes, W. Y., siehe Wilzbach, K. E.
Sykut, K., siehe Hubicki, W.
Szarvas, P., und Csiszár, B. Colorimetrische Bestimmung von Titan neben viel Eisen 203

Tabata, T., siehe Yamaguchi, K.
Täufel, K., und Pohloudek-Fabini, R. Bestimmung von Citronensäure in Wein, weinhaltigen und weinähnlichen Erzeugnissen 373
Täufel, K., Pohloudek-Fabini, R., und Behnke, U. Pentabromacetonverfahren zur Bestimmung von Citronensäure 373
Takagi, Y., siehe Muraoka, S.
Takeda, Y., siehe Kinnory, D. S.
Tanaka, S., siehe Kamada, H.
Tananaev, N. A., und Harmasch, E. P. Bestimmung des Cäsiums als Cäsiumwismutjodid 144
Tatić, O., siehe Tutundžić, P. S.
Tauber, H. Papierelektrophoretische Trennung von Brenztraubensäure und α-Ketoglutarsäure in proteinfreien Blutfiltraten 226
Taylor, A. E., und Paige, H. H. Flammenphotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen Strontium 151
Teisinger, J., siehe Zuman, P.
Temkina, V. Ja., siehe Lastovskij, R. P.
Terenin, A. N., Jaroslavsky, N. G., Karjakin, A. W., und Sidorova, A. I. Nachweis isolierter Hydroxylgruppen an glasartigen Kieselgelen 112
Teufel, H., siehe Seuss, A.

Thaler, H. Papierchromatographische Untersuchung von Weinverbesserungszuckern 375
Theis, M., siehe Musil, A.
Thilo, E., siehe Grunze, H.
Thiroux, G., siehe Rangier, M.
Tillson, E. K., Pusey, N. W., und Beyer, K. H. Bestimmung von N-Alkyl-p-sulfamidbenzoesäuren 236
Tišler, M. 4-Phenylthiosemicarbazid als Reagens zur Charakterisierung von Aldehyden und Ketonen 164 [Or]
Tödt, F. Prinzip und Anwendungsmöglichkeiten der elektrochemischen Sauerstoffmessung 392
Tomíček, O., und Pulpán, R. Potentiometrische Bestimmung von Natrium mit der Glaselektrode 142
Toops jr., E. E., siehe Riddick, J. A.
Toro, G., siehe Ackermann, P. G.
le Tourneau, R. L., siehe Criddle, D. W.
Trau, J., siehe Hubicki, W.
Triznyai, M., siehe Dévay, J.
Troëng, S. Bestimmung von Öl in Ölsaaten 457
Troll, W., und Cannan, R. K. Bestimmung von Aminosäuren mit Ninhydrin 318
Trueblood, K. N., siehe Malmberg, E. W.
Tsubaki, I. Abtrennung des Urans von Eisen und Bestimmung von Uran 212
Tsuji, K., Kageyama, M., Nakamura, S., und Ueda, T. Nachweis von Zirkonium mit Arsinsäuren 155
Tulane, V. J., siehe Donaldson, K. O.
Tuller, E. F., und Keiding, N. R. Bestimmung von proteingebundenen Kohlenhydraten 358
Turkevič, N. M. Funktionell-analytische Gruppen, die für Eisen und Wismut spezifisch sind 197
Tutundžić, P. S., Doroslovački, I., und Tatić, O. Coulometrische Bestimmung von Halogeniden 215
Tye, R., Graf, M. J., und Horton, A. W. Bestimmung von Benzo-α-pyren in Rückständen der Petroleumcrakkung 455

Ueda, F., siehe Oda, T., sowie Tsuji, K.
Underwood, J. C., und Rockland, L. B. Einflüsse auf das papierchromatographische Verhalten der Aminosäuren 317
Ungar, J., siehe Sard, B. A.
Urbasch, S. Titration von Zink mit Cyanoferrat(II) 16
Uzumasa, Y., und Nishimura, M. UV-spektrometrische Bestimmung von Eisen mit Komplexon 217

Vaeck, S. V. Papierchromatographische Bestimmung von Kobalt neben anderen Elementen 220
Vänninen, E., siehe Ringbom, A.
Vajnštejn, E. Je., Borovik-Romanova, T. F., und Korolev, V. V. Spektralanalyse der Tone auf ihre Grundkomponenten 446
Vajnštejn, E. Je., Ševaleevskij, I. D., und Štauberg, I. F. Röntgenspektrographische Bestimmung von Hafnium in Zirkonmineralien und Konzentraten 447, 448
Vajnštejn, Ju. I., siehe Lastovskij, R. P.
Vandalen, E., und Graham, R. P. Polarographische Bestimmung von Titan in Hochtemperaturlegierungen 438
Vanossi, R. Trennung und Identifizierung von Wolfram, Niob und Tantal 211
Varga, B. Rechenmethode zur Bestimmung von Kalium und Natrium nebeneinander 144
Vaughan, G. A., und Grant, D. W. Bestimmung von Fluoren in Steinkohlenteerfraktionen 398
Večeřa, M. Mikrobestimmung von Stickstoff, Schwefel, Chlor und Brom in organischen Stoffen 300
Vegezzi, G., siehe Rosenthaler, L.
Venkateswarlu, Ch., Das, M. S., und Athavale, V. T. Untersuchung der Titan(IV)-Bestimmung mit Gallussäure 201, 202
Venner, H. Ringchromatographische Bestimmung reduzierender Zucker 320
Venturello, G., und Ghe, A. M. Rundfilterchromatographische Bestimmung von Metallen in Spezialstählen 436
Verleur, H., siehe Oosterhuis, H. K.
Verma, M. R., und Bhuchar, V. M. Verbesserung der Mikrobürette nach Koch 141
Verma, M. R., Bhuchar, V. M., und Dass, R. A Modified Method for the Assay of Arsenical Insecticides Part I — Paris Green 401 [Or]. — Analysis of Arsenical Insecticides. Part II — Iodimetric Determination of Copper, Arsenate und Arsenite 407 [Or]

Verma, M. R., und Paul, S. D. Tüpfelnachweis von Cadmium 151
Verschragen, P. Bestimmung des Stickstoffgehaltes von Nitrocellulose 461
Vert, Ž. L., siehe Flis, I. E.
Vickery, H. B., siehe Pucher, G. W.
Vigvári, M., siehe Almássy, Gy.
Villee, C. A., siehe Karnovsky, M. L.
Vinaver, W. Polarographische Bestimmung von Zink in Erzen 444
Viohl, U., siehe Hahn, H.
Virgona, A. J., siehe Gordon, M.
Volmar, Y., Ebel, J.-P., und Fawzi Bassili, Y. Papierchromatographische Trennung von Sauerstoffsäuren des Phosphors 278
Volmar, Y., Ebel, J.-P., und Jacoub, F. B. Papierchromatographische Trennung von Sauerstoffsäuren des Phosphors 278. — Siehe auch Ebel, J.-P.
De Vries, J. E., siehe Brandt, W. W.
van Vucht, H. A., siehe Groenewege, M. P.

von Wacek, A., und Zeisler, F. Bestimmung kleinster Mengen Alkohol in verdünnten Lösungen 306
Wagman, E., siehe Zall, D. M.
Wagner, G. Trennung einiger flüchtiger Phenole nach dem Chromatoplate-Verfahren 363. — Mikroanalyse von aromatischen Oxycarbonsäuren 367
Waldtschmid-Leitz, E. Elektrophoretische Untersuchung von Blutserum 229
Walker, J. K., und O'Hara, C. L. Ermittlung der Luftverunreinigung durch Kraftfahrzeuge 388
Warshowsky, B., und Schantz, E. J. Amperometrische Bestimmung von Sauerstoff in Bakterienkulturen 224
Watanabe, Sh., siehe Gotô, H.
Watt, G. W., und Chrisp, J. D. Bestimmung von Hydrazin mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 177
Watzek, H., siehe Krumholz, P.
Waugh, Th. D., siehe Malmberg, E. W.
Way, E. L., siehe Fujimoto, J. M.
Weatherford jr., W. D., siehe Karr jr., C.
Wehber, P. Chelatometrie, IV. Das Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Redoxindicator 1. Komplexometrische Bestimmung von Eisen(III)-salz 161 [Or]. — Chelatometrie. V. Das Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Redoxindicator. 2.Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure mit Eisen-(III)-salz 241 [Or]. — Chelatometrie. VI. Zur Bestimmung größerer Kupfer(II)-Ionenkonzentrationen mit Äthylendiamintetraessigsäure 244 [Or]. — Chelatometrie. VII. Das Problem der Pufferung. Die Verwendung von Hexamethylentetramin (Urotropin) und von Monochloressigsäure für komplexometrische Titrationen 419 [Or]
Wehrli, S. Destillation von Alkohol aus Blut 225
Weiblen, D. G., siehe Freier, H. E.
Weinstock, A., siehe Ehrmantraut, H. C.
Weiser, H. Colorimetrische Bestimmung von Triphosphat 290
Weiss, F. T., siehe McCoy, R. N.
Weisz, H. Ringofenmethode 131
Wempe, E., siehe Wojahn, H.
Wenger, P.-E., Monnier, D., und Rüedi, W. F. Bestimmungsverfahren für Alkohol im Blut 224
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.
Wenzler, J., siehe Böhringer, P.
Werner, G. Apparatur zur Hochspannungs-Papierelektrophorese 124
Werner, G., und Westphal, O. Versuchsergebnisse mit dem Papierelektrophoresegerät nach Werner 125
Wesenbeek, W., siehe Moelants, L. J.
Westall, R. G., siehe Bate-Smith, E. C., sowie Partridge, M. S.
Westerdijk, J. B., siehe Rientsma, L. M.
Westman, A. E. R., Scott, A E., und Pedley, J. T. Trennung und Bestimmung verschiedener Phosphat-Anionen 283
Westphal, O., siehe Werner, G.
Wheeler, D. H. Bestimmung organischer Peroxyde 306
White, D., und Grant, D. W. Verteilungschromatographische Trennung von m- und p-Kresol 364
White, J. C., siehe Cogbill, E. G.
White, R. A., siehe Gibson, N. A.
Whitehead, T. P., und Whittaker, S. R. F. Bestimmung von Glutamin in Cerebrospinalflüssigkeit 233. — Siehe auch Prior, A. P.
Whitnack, G. C., Reinhart, J., und St. Clair Gantz, E. Polarographi-

sches Verhalten von Alkyl-Phthalatestern 464
Whittaker, S. R. F., siehe Whitehead, T. P.
Wieker. W. Quantitative Bestimmung von Phosphaten 282
Wieland, Th., und Fischer, E. Gerät zur Papier- und Trägerelektrophorese 125
Wieland, Th., und Pfleiderer, G. Gerät zur Papier- und Trägerelektrophorese 125
Wieman, R. L., siehe Riddick, J. A.
Wiertz, P., siehe Baltes, J.
Wilkinson, J. H., siehe Bowden, C. H.
Williams, A. F., siehe Sporek, K.
Williams, A. H. Verhalten von Zimtsäurederivaten 366
Williams, A. W. Bestimmung von Pepsin im Magensaft 231
Willits, C. O., Ricciuti, C., Knight, H. B., und Swern, D. Bestimmung organischer Peroxyde 306. — Siehe auch Ricciuti, C.
Wilzbach, K. E., van Dyken, A. R., und Kaplan, L. Bestimmung von Tritium in Wasser 395
Wilzbach, K. E., Kaplan, L., und Brown, W. G. Zinkschmelzmethode zur Tritiumbestimmung 297
Wilzbach, K. E., und Sykes, W. Y. Bestimmung von ^{14}C in organischen Verbindungen durch Verbrennung 296
Winkler, G. Quantometrische Analyse von Leichtmetallen 106
Winkler, L. W. Colorimetrische Bestimmung von Schwefelwasserstoff in Gasen 208
Winsberg, L., siehe Amiel, S.
Winzler, R. J., Devor, A., Mehl, J., und Smyth, I. Elektrophoretische Untersuchung von Blutserum 229. — Siehe auch Mehl, J. H.
Wise, C. S., Dimler, R. J., Davis, H. A. und Rist, C. E. Bestimmung von Fructoseeinheiten in Dextranpräparaten 377. — Siehe auch Jeanes, A.
Wise, W., siehe Hughes, E. B.
Wobisch, F., und Schneider, J. Bestimmung verschiedener Zucker in Wein, Süßwein, Obst- und Fruchtsäften 375
Wöllner, E., siehe Spengler, G.
Wojahn, H., und Wempe, E. Quantitative Bestimmung von Thiobarbitursäuren 222
Wolfe, S. K., siehe Hershberger, E. B.
Wolff, R., und Magnin, P. Regeneration von verwendeten Amidoschwarzlösungen 230
Wood, J., siehe Mew, W. E.
Woodward, J. A., siehe Gregory, J. N.
Wreath, A. R., siehe Bell, R. N., sowie Bernhart, D. N., und Netherton, L. E.
Wurziger, J. Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium in Wein 371
Wyatt, P. F. Trennung von wenig Kupfer, Mangan und Eisen in organischen Substanzen 147. — Siehe auch Strafford, N.
Wyld, G., siehe Porter, P.

Yamaguchi, K., Fujii, S., Tabata, T., und Kato, S. Remissionsvermögen von Teerfarbstoffen für die Nahrungsmittelfärbung 385
Yamaguchi, K., Fukushima, S., Tabata, T., und Ito, M. Bestimmung des Farbtones von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen 310
Yamaguchi, K., Ito, M., und Bando, K. Berechnung der Normfarbwerte der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 311
Yamanaka, O., siehe Oda, T.
Yard, A. S., siehe McKennis jr., H.
Yasuda, S. K., siehe Lambert, J. L.
Yemm, E. W., und Cocking, E. C. Bestimmung von Aminosäuren mit Ninhydrin 318
Yoe, J. H., und Armstrong, A. R. Colorimetrische Bestimmung von Titan neben Eisen 203. — Siehe auch Cogbill, E. C.
Yokosuka, Sh. Bestimmung von Magnesium-, Blei- und Kupferspuren in metallischem Nickel 442
Yoshida, M., siehe Shinagawa, M.
Young, A., Sweet, T. R., und Baker, B. B. Gleichzeitige spektrophotometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium mit Eriochromschwarz T 150

Zahradník, R., siehe Kobrle, V.
Zak, B., siehe Cherney, P. J.
Zall, D. M., Wagman, E., und Ingber, N. Rasche Bestimmung von Phosphat 449
Zapp, E. E., siehe Pungor, E.
Zeisler, F., siehe von Wacek, A.

Ziegler, M., und Glemser, O. Der Nachweis des Palladiums mit Laurylmercaptan 101 [Or]

Zimmermann, G. Fehler bei der Ringpapierchromatographie 122

Zolotavin, V. L. Tüpfelreaktion auf Vanadium 205

Zuman, P., Zumanová, R., und Teisinger, J. Polarographie von 2,3-Dimercaptopropanol 309

Zumanová, R., siehe Zuman, P.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abfunkvorgänge, systematische Beobachtungen über Abfunkvorgänge 109

Abwasser, polarographische Bestimmung von Sulfit 393

Abweichungen, Berechnung der Abweichungen von Analysenverfahren 46

Aceton, Farbreaktion 294

Acetonlösungen, Bestimmung von Schwefel 207

p-Acetylamino-benzaldehyd, Charakterisierung 165

Acetylgruppen, Bestimmung in Pektinstoffen 382

Adrenalin, photometrische Bestimmung mit Dikaliumquecksilber(II)-tetrarhodanid 355

Äpfelsäure, Nachweis in Gärflüssigkeiten von Traubenmost 371; colorimetrische Bestimmung in Wein und Fruchtsäften 372; chromatographische Bestimmung 312; Abtrennung 316

Äthanol, Bestimmungsmethode 362

Äther, UR-Gasstandard 114

Äthylacetat, Farbreaktion 294

Äthyläther, Farbreaktion 294

5-Äthyl-5-crotyl-barbitursäure, siehe Kalypnon

Äthylendiamin, zur papierelektrophoretischen Trennung anorganischer Ionen 127

Äthylendiamintetraessigsäure, komplexometrische Bestimmung mit Eisen(III)-salz und dem Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Indicator 241; spektrophotometrische Bestimmung im Urin 225; siehe auch Komplexon III

Äthylenimin, papierelektrophoretische Untersuchung der Reaktionsprodukte mit Glutathion 125

Äthylenoxyd, papierchromatographische Trennung von pharmazeutisch verwendeten Polymeren 464

2-Äthylpyridin, ultrarotspektroskopische Bestimmung 456; in Teerbasenfraktionen 456

DNP-Alaninol, chromatographische Abtrennung 314

Aldehyde, Charakterisierung durch ihre Verbindungen mit 4-Phenylthiosemicarbazid 164

Aliphatischer Alkohol-Benzol-Cyclohexan, refraktometrische Analyse 116

Alkalien, Bestimmung sehr kleiner Mengen in ionenarmem Wasser 390

Alkalimetalle, flammenphotometrische Bestimmung 145

Alkalität, Bestimmung in Wasser 390

Alkohol, UR-Gasstandard 114; Bestimmung in sehr verdünnten Lösungen 306; im Blut 224; polarographische Bestimmung im Blut 225

Alkylphosphate, colorimetrische Bestimmung der ungebundenen Phosphorsäure 289

Alkyl-Phthalatester, polarographisches Verhalten 464

N-Alkyl-p-sulfamid-benzoesäuren, Bestimmung 236

Aluminium, elektrophoretische Beweglichkeit 128; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; Einfluß auf die komplexometrische Bestimmung von Eisen 256; Nachweis mit Aluminon 154; R_f-Wert 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 136; Bestimmung in Ton 446; in Eisen und Eisenerzen 435; im Stahl 437; in Petroleumrückständen 451; Trennung von Gallium 97; von Thorium 332; Bestimmung von Kupfer neben Aluminium 146; von Kobalt neben Aluminium 219

Aluminium-Ionen, Fällung mit Derivaten von Oxin 140

Aluminiumlegierungen, Entmischungen und Absonderungen bei Gußelektroden 397

Amidoschwarzlösungen, Regeneration von verwendeten Amidoschwarzlösungen 230
Amine, Identifizierung sekundärer aliphatischer Amine 310; Mikrobestimmung primärer aromatischer Amine durch Titration mit Natriumnitrit 316; papierchromatographischer Nachweis lipophiler, steroider Amine 369
p-Amino-benzaldehyd, Charakterisierung 165
Aminofluorescein, Trennung der Isomeren 369
8-Amino-1-naphthol-3,6-disulfonsäure, Tüpfelreaktion 365
Aminosäuren, Apparatur zur zweidimensionalen Papierelektrophorese 317; verschiedene Einflüsse auf das papierchromatographische Verhalten 317; polarographische Aktivität 317; Bestimmung mit Ninhydrin 318; mit Ninhydrin-Kupferreagens 319; Bestimmung der N-endständigen Aminosäuren einiger Prolamine 319; Bestimmung in Speisewürzen 378; papierelektrophoretische Trennung in einem Proteinhydrolysat 125; Trennung von Peptiden durch Hochspannungselektrophorese 125
Aminoverbindungen, Bestimmung mittels einer Chlor-36-Isotopenverdünnungsmethode 303
Ammoniak, Bestimmung in Gasgemischen 389; beim Glutaminstoffwechsel im Gehirn 224; im Plasma 223; im Urin 223
Ammoniumhydrogenfluorid, Bestimmung von Fluor 336
Ammoniumpurpurat, siehe Murexid
Ammoniumsulfamat, Verwendung statt Bleidioxyd bei der Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 294
Analyse, Verwendung der Ringofenmethode in der anorganischen Analyse 131; siehe auch toxikologische Analyse
Analysenverfahren, Bewertung und Vergleich 46; Kennzeichnung und Bewertung 60
Analytische Chemie, Bedeutung der Komplexone 134
Analytische Waagen, Reproduzierbarkeit 199
Anilin, Farbreaktion 294
Anisaldehyd, Charakterisierung 165
Anorganische Analyse, Anwendung der Komplexone 134
Anorganische Ionen, Papierelektrophoretische Trennung 125; Trennung durch Hochspannungselektrophorese 125
Anorganische Stoffe, papierelektrophoretische Trennung 126
Anthronreagens zur colorimetrischen Bestimmung verschiedener Zucker 360; Bestimmung proteingebundener Kohlenhydrate 358
Anthron-Schwefelsäure, Reaktion mit Desoxyzuckern 360
Antimon, Identifizierung in Staubteilen in der Luft 388; R_f-Wert 268; R_f-Wert und Identifizierung 121; chromatographische Abtrennung an Jutestengeln 123; cerimetrische Bestimmung von Eisen in Gegenwart von Antimon(III) 260; Nachweis von Palladium neben Antimon 102
Antimon(III), Titration mit Luminol als Indicator 133
Antimonit, Titration mit Luminol als Indicator 132
Antioxydantien, Nachweis in Fett 382
Antu, siehe α-Naphthylthioharnstoff
Aperitifs, papierchromatographische Bestimmung von Chinin 376
D-Arabinal, R_f-Wert 320
D-Arabinose, R_f-Wert 320
Arginin, papierelektrophoretische Trennung von Canavanin 320
Aromaten, Bestimmung durch Adsorption an Aluminiumoxyd in Erdölfraktionen 454
Aromatischer Kohlenwasserstoff-Naphthen-Paraffin, refraktometrische Analyse 116
Arsen, R_f-Wert 268; R_f-Wert und Identifizierung 121; chromatographische Abtrennung an Jutestengeln 123; Bestimmung in Silicium durch Radioaktivierung 398; in Eisen und Eisenerzen 435; in Pariser Grün 401; Trennung von Blei und Zink 205; cerimetrische Bestimmung von Eisen in Gegenwart von Arsen (III) 260
Arsen(III), spektrophotometrische Bestimmung 201
Arsenat, jodometrische Bestimmung in arsenhaltigen Insecticiden 407; Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Arsenat 172
Arsenhaltige Insecticide, siehe Insecticide
Arsenik, Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388
Arsenit, oxydimetrische Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 131;

Titration mit ClO^- oder BrO^- und Luminol als Indicator 132; jodometrische Bestimmung in arsenhaltigen Insecticiden 407
Arsensäuren, papierchromatographische Trennung 278
Ascorbinsäure, Titration in gefärbten Lösungen 131; Bestimmung in Weinen und Fruchtsäften 374
DNP-Asparagin-diol, chromatographische Abtrennung 314
Atmosphäre, Messung der herabfallenden Staubmenge 387
Atropin, toxikologischer Nachweis 265

Bakterienkulturen, amperometrische Bestimmung von Sauerstoff 224; Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 381
Barbiturate, papierchromatographischer Nachweis 221
Barbitursäuren, toxikologischer Nachweis 265
Barium, elektrophoretische Beweglichkeit 128; R_f-Wert und Identifizierung 121; Bestimmung von radioaktivem Barium in Wasser 390; spektrographische Bestimmung in Petroleumrückständen 451; Trennung von Thorium 332
Bariumcarbonat, Herstellung von Preßlingen aus $Ba^{14}CO_3$ 299; Korrekturfaktoren bei der Umrechnung von ^{14}C auf $Ba^{14}CO_3$ 298
Baustoffe, Untersuchung mit der Differential-Thermoanalyse 447
Beerensaft, Titration von Ascorbinsäure 131
Benzalaceton, Charakterisierung 165
Benzaldehyd, Charakterisierung 165; Farbreaktion 294
Benzhydrylamindiessigsäure, Verwendung als Komplexon 137
Benzin, Bestimmung von Schwefel durch den Sommer-Test 453
5,6-Benzochinaldinsäure, Reagens zur selektiven Bestimmung von Cadmium 152
Benzoesäure, Nachweis im Wein 374
Benzol, Verhalten gegen Halogen-Kobalt(II)-acetat-Essigsäure 294; Bestimmung kleiner Mengen Thiophen 321
Benzol-Cyclohexan-aliphatischer Alkohol refraktometrische Analyse 116
Benzolphosphonsäure, Reagens auf Thorium 160
Benzo-α-pyren, Bestimmung in Rückständen der Petroleumcrackung 455
Bernsteinsäure, Nachweis in Gärflüssigkeiten von Traubenmost 371; chromatographische Bestimmung 312; Abtrennung 316
Beryllium, fluorimetrische Methode zum Nachweis und zur Bestimmung 149; Identifizierung in Staubteilen der Luft 388; Bestimmung von Sauerstoff oder Wasserstoff 396
Bier, Bestimmung von Phenol 375
Bindschedlers Grün, Verwendung des Zersetzungsproduktes als Redoxindicator bei komplexometrischen Titrationen 161, 241
Biologische Präparate, Bestimmung kleiner Mengen Osmium 224
Biologisches Material, Bestimmung von Glucose 234; von Morphin 239; papierchromatographische Trennung von Brenztraubensäure, Oxalessigsäure und α-Ketoglutarsäure 226
Blei, elektrophoretische Beweglichkeit 128; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; gravimetrische Bestimmung als Phosphat 201; spektrophotometrische Bestimmung 201; R_f-Wert 120, 268; R_f-Wert und Identifizierung 121; R_f- und S-Werte auf verschieden imprägniertem Papier 342, 343; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; spektrographische Bestimmung in Hochleitfähigkeits-Kupfer 396; polarographische Bestimmung in Zink 397; Bestimmung in Blei-Zinn-Legierungen 201; von Spuren in metallischem Nickel 442; in analysenreinem Natriumchlorid 448; Bestimmung in Chromatfarben 448; in Mineralschmierölen 453; in Petroleumrückständen 451; Identifizierung in Staubteilen in der Luft 388; chromatographische Trennung von Quecksilber an Jutestengeln 123; Trennung von Arsen, Kupfer und Wismut 205; Nachweis von Palladium neben Blei 102
Bleimennige, Analyse 448
Bleinaphthenat, komplexometrische Bestimmung von Blei 453
Blei-Zinn-Legierungen, Bestimmung von Blei 201
Blut, Bestimmung von Alkohol 224; polarographische Bestimmung von Alkohol 225; komplexometrische Bestimmung von Glucose 234
Blutfiltrate, papierelektrophoretische Abtrennung von Brenztraubensäure und α-Ketoglutarsäure 226

Blutplasma, chemische Bestimmung von Histamin 239
Blutserum, Elektrophorese der Filtrate von enteiweißten Blutseren 229
Boden, Bestimmung von Kalium 144; von Uran durch Neutronenaktivierung 213
Bor, organische Reagentien zur colorimetrischen Bestimmung 153; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 435
Borax, Einfluß der Verunreinigungen auf die Brauchbarkeit als Urtitersubstanz 133
Boraxlösung bei der Eisen(II)-Bestimmung mit Permanganat an Stelle von Zimmermann-Reinhardt-Reagens 216
Brei, butyrometrische Bestimmung von Fett 382
Brenzcatechin-di-(3-chloranisat), Herstellung mit ^{36}Cl indizierter Präparate 304
Brenzcatechinsulfophthalein, Reagens in der colorimetrischen Analyse 325, 414, 417
Brenztraubensäure, chromatographische Abtrennung 316; aus biologischem Material 226; papierelektrophoretische Abtrennung in proteinfreien Blutfiltraten 226
Brom, photometrische Bestimmung als Tetrabromfluorescein 68; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 300
Bromat, Nachweis mit Mangan(II)-salzen 215; papierelektrophoretische Abtrennung 125
p-Brombenzaldehyd, Charakterisierung 165
Bronze, Titration von Kobalt 218
Butter, Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 381
Buttersäure, chromatographische Abtrennung 316
Butyloleat, Farbreaktion 294
p-tert.-Butylphenol, papierchromatographische Abtrennung 363

Cadmium, Einfluß auf die komplexometrische Bestimmung von Eisen 256; Tüpfelnachweis neben viel Fremdmetall 151; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 152; spektrophotometrische Bestimmung 201; R_f-Wert 120, 268; R_f-Wert und Identifizierung 121; komplexometrische Bestimmung neben größeren Mengen Eisen 185; Identifizierung in Staubteilen in der Luft 388; polarographische Bestimmung in Zink 397; chromatographische Trennung von Kupfer an Jutestengeln 123; Mikrobestimmung von Sauerstoff 397; Nachweis von Palladium neben Cadmium 102
Cäsium, Bestimmung als Cäsiumwismutjodid 144
Calcit, Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388
Calcium, flammenphotometrische Bestimmung aus alkoholischer Lösung 111; R_f-Wert und Identifizierung 121; Störung der komplexometrischen Bestimmung durch Phosphat-Ionen 151; gleichzeitige spektrophotometrische Bestimmung mit Magnesium 150; automatische photometrische Titration in Carbonatgesteinen 444; Bestimmung in Ton 446; in Eisen und Eisenerzen 435; in Kohlen- oder Koksasche 399; in Petroleumrückständen 451; in Stearaten 459; Trennung von Thorium 332; Bestimmung von Eisen neben Calcium 135
Calciumcarbonat, nephelometrische Bestimmung von Sulfat 448
Calciumfluorid, Bestimmung von Fluor 338
Calciumstearat, Bestimmung von Calcium 459
Canavanin, Papierelektrophoretische Trennung von Arginin 320
Carbonatgesteine, automatische photometrische Titration von Calcium und Magnesium 444
Carbonsäuren, chromatographische Trennung mit verändertem Lösungsmittel 316
Carbowax, papierchromatographische Untersuchung 464
Celluloseacetat, Bestimmung der gebundenen Essigsäure 463
Cer, Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331
Cer(IV)-sulfat-Arsenigsäurereaktion zum Nachweis von Thyroxin 236
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Glutamin 233; siehe auch Liquor
Cerimetrie, Anwendungen, Bestimmung von Eisen(II) 258
Chelatometrie, Verwendung des Zersetzungsproduktes von Bindschedlers Grün als Redoxindicator 161, 241; Variaminblau B als Redoxindicator bei der Kupferbestimmung 244;

Problem der Pufferung 419; siehe auch komplexometrische Titrationen
Chenta, siehe Komplexon IV
Chinalizarin, Reaktion mit Bor 153
Chinin, papierchromatographische Bestimmung in Aperitifs 376
Chlor, Mikrobestimmung in organischen Substanzen 300
p-Chlor-acetophenon, Charakterisierung 165
Chlorat, papierelektrophoretische Abtrennung 125
Chlorbenzaldehyde, Charakterisierung 165
Chloressigsäuren, Identifizierung durch Ramanspektren 314
Chlorid, potentiometrische Titration an Membranelektroden 118; komplexometrische Titrationen in Gegenwart von Chlorid 351
Chlor-Ionen, colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen in natürlichen Wässern 215
Chlorit, potentiometrische Bestimmung 196; papierelektrophoretische Abtrennung 125
Chlorkohlenwasserstoffe, toxikologischer Nachweis 264
4-Chlor-2-Methylphenoxyacetanilid, Herstellung mit ^{36}Cl indizierter Präparate 304
Chloroform, Rückgewinnung aus der Dithizonextraktion 140
Cholin, Mikrobestimmung in Weizenkeimen 384
Chrom, Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; Einfluß auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; R_f-Wert 437; indirekte komplexometrische Bestimmung 138; Bestimmung in Titanlegierungen 433; in Eisen und Eisenerzen 435; in Petroleumrückständen 451; Bestimmung von Kupfer neben Chrom 146; von Mangan im Stahl in Gegenwart von Chrom 442; von Kobalt neben Chrom 219
Chromat, Nachweis kleiner Mengen mit Wasserstoffperoxyd 210
Chromatfarben, Analyse 448
Chromatographie, Trennungen an entfaserten Stengeln von Jutepflanzen 122; in der Eisenanalyse 435
Chromatoplate-Verfahren, zur Trennung flüchtiger Phenole 363
Chrom(III)-Ionen, indirekte Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 132
Chrom(III)-komplex-Ionen, papierelektrophoretische Trennung 128
Chromotropsäure, analytische Verwendbarkeit von Azoverbindungen 270, 328, 333.
Chromtrioxyd, Reduktometrische Bestimmung mit Eisen(II)-perchlorat 134
Chymotrypsinogen, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Citronensäure, chromatographische Bestimmung 312; chromatographische Abtrennung 316; Nachweis in Gärflüssigkeiten von Traubenmost 371; Bestimmung in Wein, weinhaltigen und weinähnlichen Erzeugnissen 373
Codein, toxikologischer Nachweis 265, 266
Colamin, Mikrobestimmung in Weizenkeimen 384
DNP-Colamin, chromatographische Abtrennung 314
Colchicin, toxikologischer Nachweis 265
Colistin (Antibioticum), papierchromatographische Untersuchung 239
Cuproin zur spektrophotometrischen Kupferbestimmung 146
Cyanid, Mikrobestimmung 155; neben viel Sulfid 200; Titration mit Kupfer(III)-salzen 139; mit Luminol als Indicator 132
Cyanoferrat(III), reduktometrische Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 131
Cycloheptanon, Charakterisierung 165
Cyclohexan-aliphatischer Alkohol-Benzol, refraktometrische Analyse 116
Cyclohexanon, Charakterisierung 165
Cyclopentanon, Charakterisierung 165
Cystein, Titration mit Silbernitrat 307
Cystin, Umsetzung mit Silbernitrat 307

DDT, toxikologischer Nachweis 264, 266
Desoxyribose, Bestimmung mit Anthronreagens 360
2-Desoxy-D-Ribose, R_f-Wert 320
Desoxyzucker, Reaktion mit Anthron-Schwefelsäure 360
Deuteriumoxyde, Mikrobestimmung in Wasser 394
Dextran, physikalische und chemische Charakterisierung für klinische Zwecke 378
Dextranpräparate, Bestimmung leicht hydrolysierbarer Fructoseeinheiten 377
Diacetylcystinester, Umsetzung mit Silbernitrat 307

Diäthylphthalat, polarographisches Verhalten 464
Dialkylsulfide, spektralphotometrische Bestimmung 308
Diaminoanthrarufin, Reaktion mit Bor 153
Diaminochrysazin, Reaktion mit Bor 153
1,2-Diaminocyclohexan-N,N,N′,N′tetraessigsäure, siehe Komplexon IV
5,7-Dibrom-8-oxychinolin, Fällungsreagens für Vanadium 206
Dibuthylphthalat, polarographisches Verhalten 464; Bestimmung neben Nitroglycerin und Nitrocellulose in Treibladungen 460
Dicarbonsäuren, papierchromatographische Trennung normaler und verzweigter aliphatischer Dicarbonsäuren 315
2,2′-Dichinolyl, siehe Cuproin
Dichloressigsäure, Indentifizierung durch Ramanspektren 314
2,4-Dichlorphenoxyacetanilid, Herstellung mit ^{36}Cl indizierter Präparate 304
2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Reagens zur Thoriumbestimmung 157, 158, 159
Dichromat, potentiometrische Bestimmung neben starken Säuren 196
Dicyandiamid, Farbreaktion 294
Dicyanochinizarin, Reaktion mit Bor 153
Differential-Thermoanalyse, Untersuchung von Baustoffen 447
Diformylcystin, Umsetzung mit Silbernitrat 307
Digitalisglucoside, toxikologischer Nachweis 265
Diglyceride, chromatographische Trennung 311
5,7-Dijod-8-Oxychinolin, Reagens auf Vanadium 206
Dikaliumquecksilber(II)-tetrarhodanid, Reagens zur Bestimmung von Adrenalin 355
2,3-Dimercaptopropanol, polarographische Untersuchung 309
p-Dimethylaminobenzaldehyd, Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Hydrazin in Wasser 177; Charakterisierung 165
4,4′-bis(p-Dimethylamino-phenylazo)-diphenylarsinsäure, Reagens zum Nachweis von Zirkonium 155
4-(p-Dimethylaminophenylazo)-diphenylarsinsäure, Reagens zum Nachweis von Zirkonium 155
Dimethylanilin, Farbreaktion 294
Dimethylol-o-Kresol, papierchromatographische Abtrennung 363
Dimethylphthalat, polarographisches Verhalten 464
1,2-Dimethyl-pyraz-dion(3,6), Methoxylbestimmung 304
Dinitroanthrarufin, Reaktion mit Bor 153
Dinitrochrysazin, Reaktion mit Bor 153
Dinitronaphthaline, Ultrarotanalyse 114
Dinitrophenylaminoalkohole, säulenchromatographische Trennung 314
2,4-Dinitrophenylhydrazin, Farbreaktion 294
2,4-Dinitrophenylhydrazone, Bestimmung des Farbtones durch Messung der Remissionsspektren 310; Berechnung der Normfarbwerte und Normfarbwertanteile 311
Dioctylphthalat, polarographisches Verhalten 464
Dioxan, Farbreaktion 294
1,8-Dioxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, Tüpfelreaktion 365
2,3-Dioxynaphthalin-6-sulfonsäure, Tüpfelreaktion 365
Diphenyl, Identifizierung 362
Diphenylcarbazon, Reagens zur Bestimmung von Germanium 155
Diphosphat, Nachweis 281, 282
Disulfide, potentiometrische Titration mit Silbernitrat 307
Dithiopropionsäure, Umsetzung mit Silbernitrat 307

E 605, toxikologischer Nachweis 266; im Mageninhalt 399
Edelmetallgegenstände, zerstörungsfreie Prüfung der Zusammensetzung 443
Einschlüsse, Bestimmung in Eisen 436
Einzelstrahlspektrometer zur unmittelbaren Registrierung von Intensitätsverhältnissen 108
Eisen, Fortschritte in der Analyse 434; spezifische funktionell-analytische Gruppen 197; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; Störung bei der Niobbestimmung 82; Abtrennung bei der Niobbestimmung 83; Bestimmung durch Präzisionscolorimetrie 131; R_f-Wert 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; komplexometrische Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 250; indirekte komplexometrische Bestimmung 138; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 135, 136; komplexometrische Bestimmung durch Rücktitration mit Wismut 354; UV-spek-

trometrische Bestimmung mit Komplexon 217; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; polarographische Bestimmung in sauerstoff- und peroxydhaltigen radioaktiven Lösungen 214; Bestimmung in Ton 446; von Gesamteisen in Eisenerzen 435; in Zink 397; oscillographisch-polarographischer Nachweis in Kobaltsalzen 292; Bestimmung in Petroleumrückständen 451; volumetrische Bestimmung in Gegenwart von störenden Ionen 181; neben Magnesium oder Calcium 135; cerimetrische Bestimmung neben zweiwertigem Zinn (Tabelle) 263; neben dreiwertigem Arsen (Tabelle) 262; neben Antimon(III) (Tabelle) 261; chromatographische Trennung von Kupfer an Jutestengeln 123; von Kupfer und Mangan in organischen Substanzen 147; von Thorium 332; des Thoriums von Eisen 158; des Urans von Eisen 212; Bestimmung von Kupfer neben Eisen 145, 146; von Zink und Cadmium neben Eisen 185; kleiner Mengen Zinn 437; von Titan neben viel Eisen 203; Nachweis von Manganspuren 111; Bestimmung von Mangan in Eisen 441, 442; von Kobalt neben Eisen 219; Nachweis von Palladium neben Eisen 102

Eisen(II), Bestimmung mit Permanganat unter Verwendung von Na-Acetat- oder Boraxlösung an Stelle von Zimmermann-Reinhardt-Reagens 216; Titration mit Dichromatlösung und Triphenylmethylarsoniumsalz als Indicator 217; spektrophotometrische Bestimmung mit Nitroso-R-Salz 217; cerimetrische Titration in Gegenwart oxydabler Ionen 258

Eisen(III), elektrophoretische Beweglichkeit 128; Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; Einfluß von Fremd-Ionen auf die komplexometrische Bestimmung 255; colorimetrische Bestimmung mit Kupferron 217; komplexometrische Bestimmung mit dem Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Redoxindicator 161

Eisen(III)-chlorid, Titration mit Nitrilotriessigsäure 421

Eisenerze, Fortschritte in der Analyse 434; direktschreibende spektrochemische Bestimmung von Phosphor 440

Eisenlegierungen, Intensitätsverlauf der Bezugslinien bei der spektrographischen Analyse 106

Eisen(II)-perchlorat, Reduktionsmittel für Titrationen in wasserfreiem Eisessig 134

Eisenverbindungen, Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388

Eiweiß, Färbung der Pherogramme mit Amidoschwarz 229; Einstellung einer Veronalnatriumpufferlösung zur Elektrophorese 229; planimetrische Bestimmung des Gesamteiweißgehaltes von Seren 231

Eiweißhydrolysate, photometrische Untersuchung der Chromatogramme 231

Eiweißstoffe, präparative elektrophoretische Trennung 125

Ekatox, toxikologischer Nachweis 266

Elaidinsäure, R_f-Wert der ungesättigten und der Halogenfettsäure 313

Eldoral, R_f-Wert 222

Elektroden, Entmischungen und Absonderungen bei Aluminiumlegierungen für spektrographische Zwecke 397; neue Form für Lösungsspektralanalyse 104; Glaselektrode zur Bestimmung von Natrium 142

Elektrophorese, Anwendung einer Stärkeschicht 125

Elektrophoresegerät mit Möglichkeit zur Kühlung und Trocknung des Pherogramms 124

Elemente, Quecksilberzelle zur kathodischen Trennung 117; papierchromatographische Trennung und spektrochemischer Nachweis 110

Enzymreaktionen, papierelektrophoretische Untersuchung des Ablaufs 125

Erdöl, Identifizierung verschiedener Verbindungen in der Schwerölfraktion 452; siehe auch Kohlenwasserstoffgemische

Erdölfraktionen, Bestimmung von Aromaten durch Adsorption an Aluminiumoxyd 454; der verschiedenen Arten der Schwefelverbindungen 454

Erdölprodukte, chromatographische Bestimmung verschiedener Kohlenwasserstoffklassen 451

Eriochromschwarz T zur gleichzeitigen spektrophotometrischen Bestimmung von Ca und Mg 150

Erucasäure, R_f-Wert der ungesättigten und der Halogenfettsäure 313

Erze, spektrochemische Untersuchung feurigflüssiger Erze 105; Bestimmung von Zink 444; von Quecksilber 25,

152; von Mangan 444; von Uran durch Neutronenaktivierung 213
Essigsäure, chromatographische Abtrennung 316; Bestimmung der gebundenen Essigsäure in Celluloseacetat 463
Eugenol, R_f-Werte und Farbreaktion 363
Evipan, R_f-Wert 222

Faulschlamm, chromatographische Auftrennung der Vitamine der B_{12}-Gruppe 386
Fett, Bestimmungsmethoden der Zusammensetzung 457; Identifizierung der Fettsäuren durch Harnstoff-Einschlußverbindungen 458; Überblick über die UV-spektrophotometrische Untersuchung 458; Einfluß der Ausführung der Extraktion auf die Fettbestimmung in Milch 380; der Temperatur und Säurekonzentration auf die Bestimmung im Rahm 381; Bestimmung in Milcherzeugnissen mit niedrigem Fettgehalt 380; von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 383; butyrometrische Bestimmung in Schleimen und Breien 382; Nachweis von Antioxydantien 382
Fettabkömmlinge, Überblick über die UV-spektrophotometrische Untersuchung 458
Fettsäuren, Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren in milchwirtschaftlichen Produkten und Bakterienkulturen 381; Identifizierung durch Harnstoffeinschlußverbindungen 458; chromatographische Trennung 311; ungesättigter Fettsäuren 313; niederer einbasischer Fettsäuren 315
Feuerfeste Materialien, Bestimmung von Kalium 143; Abtrennung und Bestimmung von Zirkoniumoxyd 447
Fibrin, photocolorimetrische Bestimmung 234
Fibrinogen, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Flammenphotometrie, Beseitigung von Störungen 111
Flavone, analytisches Verhalten 368
Fleisch, polarographische Bestimmung von Nitraten und Nitriten in Salz und Lake zum Einpökeln von Fleisch 384
Fluor, Bestimmung in Verchromungsbädern 450; in hochfluorhaltigen organischen Verbindungen 295
Fluoren, Bestimmung in Steinkohlenteerfraktionen 398
Fluorid, acidimetrische Bestimmung 213; volumetrische Bestimmung mit Hilfe von SNADNS 333; polarographische Bestimmung in sauerstoff- und peroxydhaltigen radioaktiven Lösungen 214; Bestimmung in löslichen Fluoriden und Silicofluorid 214
Fluor-Ionen, mikroskopischer Nachweis als Natriumfluorsilicat 213
Fluorit, Bestimmung von Fluor 338
Flußspat, Untersuchung und Vorschlag für eine Standardmethode 85; Bestimmung von Fluor 338
Folidol, toxikologischer Nachweis 266
Fraktionssammler für die Säulenchromatographie 119
Fremdfett, siehe Fett
Fruchtsäfte, Bestimmung von Ascorbinsäure 374; von Invertzucker, Rohrzucker, Fructose, Glucose 375
Fructose, Bestimmung in Wein, Süßwein, Obst- und Fruchtsäften 375; leicht hydrolysierbarer Einheiten in Dextranpräparaten 377
Fucose, Bestimmung 360
Fumarat, papierelektrophoretische Abtrennung 125
Fumarsäure, Verhalten gegen Halogen-Kobalt(II)-acetat-Essigsäure 294; chromatographische Bestimmung 312; chromatographische Abtrennung 316
Furfurol, Charakterisierung 165; Bestimmung 370
Futtermittel, Bestimmung von Penicillin 238
Futterzusatzmittel, Bestimmung von Penicillin 238

Gärflüssigkeiten, gleichzeitige Bestimmung des Penicillins und der Penicillinsäure 237
Gärung, papierchromatographischer Nachweis von entstehenden nichtflüchtigen Säuren 371
Gärungsprodukte, Farbreaktion 370
D-Galactose, R_f-Wert 320
Galacturonsäure, Vorhandensein in Gärflüssigkeiten von Traubenmost 371
Gallium, Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 350; empfindlicher Nachweis mit Rhodamin B 154; komplexometrische Bestimmung durch Rücktitration mit Wismut 353; Trennung von Aluminium 97
Gallium-Ionen, Fällung mit Derivaten von Oxin 140
Gallussäure, Reagens zur Bestimmung von Titan(IV) 201

Gasanalyse, Verwendung des Katharometers 198; Vermeidung von Fehlerquellen beim Orsat-Verfahren 198
Gase, Bestimmung von Schwefelwasserstoff 208; von Mercaptanen neben großen Schwefelwasserstoffmengen 389; Bestimmung mit einer Vakuumschmelzapparatur in Metallen 395; in metallischem Eisen 436
Gasgemische, Bestimmung kleiner Mengen Ammoniak 389
Gasküvette, heizbar, für die UV-Spektrophotometrie 114
Geburtstag, 60. Geburtstag von W. Klemm 1
Gehirn, Mikrobestimmung des beim Glutaminstoffwechsel entstehenden Ammoniaks 224
Gelatinehydrolysate, Abtrennung von Ornithin 319
Gentiobiose, Bestimmung in Weinverbesserungszucker 375
Germanium, colorimetrische Bestimmung mit Diphenylcarbazon 155
Gesteine, spektrochemische Untersuchung feurigflüssiger Gesteine 105; Bestimmung von Mangan 444; siehe auch Silicatgesteine
Getreide, elektrophoretische Trennung der wasserlöslichen Polysaccharide 361
Gewebe, Bestimmung von Glucose und Glykogen 235
Gifte, toxikologischer Nachweis anorganischer Gifte 267; organischer Gifte 264; flüchtiger Gifte 264
Glas, Bestimmung von Kalium 143; Abtrennung und Bestimmung von Zirkoniumoxyd 447
Glaselektrode, Alkalifehler 118; zur potentiometrischen Bestimmung von Natrium 142
Globulin, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Gluconsäure, photometrische Bestimmung in alkalischer Lösung 359
Glucose, Bestimmung in Wein, Süßwein, Obst- und Fruchtsäften 375; in Weinverbesserungszucker 375; in biologischem Material 234; in Geweben 235
D-Glucose, R_f-Wert 320
Glutamin, Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 233
DNP-Glutamin-diol, chromatographische Abtrennung 314
Glutaminstoffwechsel, Mikrobestimmung des entstehenden Ammoniaks 224
Glutathion, Titration mit Silbernitrat 307; papierelektrophoretische Untersuchung der Reaktionsprodukte mit Äthylenimin 125
Glycerin, Verhalten gegen Halogen-Kobalt(II)-acetat-Essigsäure 294; Mikrobestimmung 320; Bestimmung von Trimethylenglykol in rohem Glycerin 460
Glycerinanalyse, Anwendbarkeit der Perjodatmethode 459
Glykämie, Schnellbestimmung 234
Glykogen, Bestimmung in Geweben 235
Glykolsäure, chromatographische Bestimmung 312
Gold, Nachweis in Edelmetallgegenständen 443; katalytische Reaktion 149; gravimetrische Bestimmung 67; Nachweis von Palladium neben Gold 102
Gold(III), Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274
Gossypol, Bestimmung von freiem und gesamtem Gossypol 463
Guajacol, R_f-Wert und Farbreaktion 363
Guajakoxyessigsäure, Reagens zur Thoriumbestimmung 157
Guajakreaktion zur Prüfung der Milch auf Hocherhitzung 379
Gußeisen, rasche Bestimmung von Phosphor 449

Hämoglobincyanidkomplex, Bestimmung von Cyanid 155
Hafnium, spektrochemische Bestimmung 156; im Zirkonium 157; röntgenspektrographische Bestimmung in Zirkonmineralien und Konzentraten 447
Halogene, Mikronachweis mit der Beilstein-Probe 302; Bestimmung in organischen Verbindungen 302
Halogenide, coulometrische Bestimmung 215
Halogen-Kobalt(II)-acetat-Essigsäure, Reagentien in der organischen Analyse 294
Harn, komplexometrische Bestimmung von Glucose 234; siehe auch Urin
Harnstoffeinschlußverbindungen, Anwendung zur Identifizierung von Fettsäuren in Fetten 458; zur Bestimmung des Paraffingehaltes in Vaseline 455
Heptaphosphat, Nachweis 282
Heu, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 190

Hexaaryldisilane, ultrarotspektroskopische Bestimmung des Verhältnisses von Phenyl- zu p-Tolylgruppen 362
Hexachlorcyclohexan, toxikologischer Nachweis 266
Hexachlorcyclohexanol, toxikologischer Nachweis 264
Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin, siehe Hexogen
Hexamethylendiamintetraessigsäure, Verwendung als Komplexon 137
Hexamethylentetramin, Anwendung als Puffersubstanz in der Chelatometrie 419
Hexamethylentetraminpuffer, Anwendung bei der Titration von Kupfer-(II) mit Äthylendiamintetraessigsäure 422
Hexamminkobalt(III)-chlorid, Reagens auf kondensierte Phosphate 290
Hexaphosphat, Nachweis 282; chromatographische Abtrennung 285
Hexogen, Nachweis und angenäherte Bestimmung von Verunreinigungen 462
Histamin, chemische Bestimmung in Blutplasma 239
Histidin, quantitative Bestimmung auf Papierchromatogrammen 232
Hochtemperaturlegierungen, polarographische Bestimmung von Titan 438
Holarrhena antidysenterica, Nachweis lipophiler, steroider Amine in der Rinde 369
Homocystein, Titration mit Silbernitrat 307
Homocystin, Umsetzung mit Silbernitrat 307
Hüttenprodukte, Bestimmung von Quecksilber 25, 152
Hydrazin, spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen in Wasser 177
Hydrazinsulfat, Titration mit Luminol als Indicator 132; Maßlösung für Redoxtitrationen 133
Hydroxylgruppen, ultrarotspektroskopischer Nachweis an glasartigen Kieselgelen 112
Hydroxylverbindungen, Bestimmung mittels einer Chlor-36-Isotopenverdünnungsmethode 303
Hypobromit, Maßlösung für Redoxtitrationen mit Luminescenzindicatoren 132; reduktometrische Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 132; Titration mit Hydrazinsulfat und Luminol als Indicator 133; mit Arsenit und Luminol als Indicator 133
Hypochlorit, reduktometrische Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 132; Titration mit Hydrazinsulfat und Luminol als Indicator 133; mit Arsenit und Luminol als Indicator 133; potentiometrische Bestimmung 196; papierelektrophoretische Abtrennung 125
Hypojodit, reduktometrische Bestimmung mit Luminescenzindicatoren 132
Hypophosphit, papierchromatographische Abtrennung 280

Inactin, quantitative Bestimmung 222
Indicatoren, Erkennungsmöglichkeit des Umschlags in gefärbten Lösungen 131
Indium, komplexometrische Bestimmung durch Rücktitration mit Wismut 353; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 350
Indium-Ionen, Fällung mit Derivaten von Oxin 140
Inosit, Mikrobestimmung in Weizenkeimen 384
Insecticide, Untersuchung arsenhaltiger Insecticide 401, 407
Insulin, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Inulin, Bestimmung in Plasma und Urin 235
Invertzucker, Bestimmung in Wein, Süßwein, Obst- und Fruchtsäften 375
Ionenaustauscher, Aufbau, Wirkungsweise und analytische Anwendbarkeit 128
Iridium, Nachweis in Edelmetallgegenständen 443
Isocitronensäure, chromatographische Bestimmung 312
Isomaltose, Bestimmung in Weinverbesserungszucker 375
Isopropylallylbarbitursäure, R_f-Wert 222
Isotopen, Untersuchung mit Hilfe der Massenspektroskopie 116
Isotopenverdünnungsanalyse, Bestimmung von Hydroxyl- und Aminoverbindungen mittels einer Chlor-36-Isotopenverdünnungsmethode 303

Jod, Bestimmung in natürlichen Wässern 393
Jodat, papierelektrophoretische Abtrennung 125
m-Jodbenzoesäure, Reagens auf Thorium 159

Jutestengel, entfasert, für chromatographische Trennungen anorganischer Ionen 123

Käse, Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 381
Kaffee, Bestimmung des Anteiles in Mischungen mit Zichorie 383
Kakaoerzeugnisse, Bestimmung von Fremdfett 383
Kalium, Überprüfung der Bestimmung als Tetraphenyloborat 142, 143; turbidimetrische Bestimmung als Kaliumtetraphenyloborat 144; R_f-Wert und Identifizierung 121; Rechenmethode zur Bestimmung neben Natrium 144; Bestimmung in Bodenproben 144; in Glas und feuerfesten Materialien 143; im Wein 370, 371; in Heu und anderen pflanzlichen Substanzen 190
Kaliumbromidpreßlinge in der Ultrarotspektroskopie 114
Kaliumcarbonat, nephelometrische Bestimmung von Sulfat 448
Kaliumchromat, Imprägnierungsmittel in der Papierchromatographie 342, 343
Kaliumjodid, Imprägnierungsmittel in der Papierchromatographie 342, 343
Kalium-Natriumlegierungen, Bestimmung von Kohlenstoff 396
Kaliumxanthogenat, Bestimmungsmethode 362
Kalypnon, Nachweis in Urin 400
Kartoffeln, Titration von Ascorbinsäure im Saft rotfleischiger Kartoffeln 131
Katharometer, Anwendung in der Gasanalyse 198
Kationen, rundpapierchromatographische Trennung in der qualitativen Analyse 120; Bestimmung der Gesamtkationen in Wasser 390
Kesselspeisewasser, Bestimmung von Sauerstoff 393
Kesselwasser, rasche Bestimmung von Phosphat 449
α-Ketobuttersäure, chromatographische Abtrennung 316
2-Keto-3-desoxygluconat-6-phosphat, R_f-Werte 370
2-Ketogluconat, R_f-Werte 370
2-Ketogluconat-6-phosphat, R_f-Werte 370
2-Ketogluconatphosphorsäureester, Nachweis und Trennung 369
α-Ketoglutarsäure, chromatographische Abtrennung 316; aus biologischem Material 225; papierelektrophoretische Abtrennung in proteinfreien Blutfiltraten 226
Ketone, Charakterisierung durch ihre Verbindungen mit 4-Phenylthiosemicarbazid 164
Kieselgele, Nachweis isolierter Hydroxylgruppen an glasartigen Kieselgelen 112
Kieselsäure, Teilchengröße und chromatographische Aktivität 119
Kippscher Apparat, Mikroausführung 141
Kobalt, Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; auf die volumetrische Eisenbestimmung 183, 255; Titration mit Cyanoferrat-(III) 218; volumetrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 219; colorimetrische Bestimmung mit neuem Reagens 139; quantitative papierchromatographische Bestimmung 220; R_f-Wert 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; elektrophoretische Beweglichkeit 128; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 135; Bestimmung in Metalllegierungen und Stählen 218; in Eisen- und Nichteisenmetallen 219; in Titanlegierungen 432; in technischen Sulfatlösungen 137; in Niederschlägen von Kobalt-α-nitroso-β-naphtholat 137; Nachweis von Palladium neben Kobalt 102
Kobaltlegierungen, Intensitätsverlauf der Bezugslinien bei der spektrographischen Analyse 106
Kobalt-α-nitroso-β-naphtholat, Bestimmung von Kobalt 137
Kobaltsalze, oscillographisch-polarographischer Nachweis von Kupfer und Eisen 292
Kohlenasche, flammenphotometrische Schnellbestimmung von Calcium 399
Kohlendioxyd, Herstellung von $Ba^{14}CO_3$-Preßlingen bei der CO_2-Bestimmung 299; Reinheitsprüfung als Vorschlag für das Deutsche Arzneibuch 221
Kohlenhydrate, Bestimmung proteingebundener Kohlenhydrate mit Anthronreagens 358
Kohlenstoff, Mikrobestimmung mit Hilfe von Ammoniumsulfamat 294; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 435; in Metallen 396; in Natrium-Kaliumlegierungen 396; im Stahl mit

der Profilierungsmethode 439; in hochfluorhaltigen organischen Verbindungen 295. — Bestimmung von Radiokohlenstoff mit dem Hochfrequenz-Induktionsofen 296; Selbstabsorptionskorrektur bei der ^{14}C-Zählung 299; Korrekturfaktoren zur Umrechnung von ^{14}C auf $Ba^{14}CO_3$ 298; gleichzeitige Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und ^{14}C in organischen Substanzen 297; Bestimmung von ^{14}C in organischen Verbindungen durch Verbrennung 296.
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung verschiedener Kohlenwasserstoffklassen in Erdölprodukten 451
Kohlenwasserstoffgemische, Bestimmung von Schwefel nach der Lampenmethode in flüchtigen Kohlenwasserstoffgemischen 453
Koksasche, flammenphotometrische Schnellbestimmung von Calcium 399
Kolloide, Einfluß auf die R_f- und S-Werte anorganischer Ionen 343, 344
Komplexbildner, Theorie und Anwendung 196
Komplexometrische Titrationen, Zersetzungsprodukt von Bindschedlers Grün als Redoxindicator bei der Eisen(III)-Bestimmung 161; Rücktitration mit Wismutnitrat gegen Brenzcatechinviolett 345; Problem der Pufferung 419; Anwendung in stärker saurem Medium 345; siehe auch Chelatometrie
Komplexon III, Titration mit Eisen(III)-Lösung 256; bei der elektrophoretischen Trennung anorganischer Stoffe 126; siehe auch Äthylendiamintetraessigsäure
Komplexon IV, Anwendungsmöglichkeiten 135
Komplexone, Bedeutung in der analytischen Chemie 134; Verwendung in der qualitativen anorganischen Analyse 134; Anwendung neuer Komplexone 137
Komplexverbindungen, Anwendung in der Maßanalyse 197
Konzentrate, röntgenspektrographische Bestimmung von Hafnium 447
Kraftfahrzeuge, massenspektrometrische Bestimmung der Verunreinigung der Luft durch Kraftfahrzeuge 388
Kreatinin, Bestimmung mittels der Jaffé-Reaktion in Plasma 233
Kresole, R_f-Werte und Farbreaktionen 363; papierchromatographische Abtrennung 363; verteilungschromatographische Trennung von m- und p-Kresol 364
Kryolith, Bestimmung von Fluor 338
Kupfer, Einfluß auf die komplexometrische Bestimmung von Eisen 255; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 348; Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; Bestimmung als Kupferquecksilberrhodanid 145; colorimetrische Bestimmung mit neuem Reagens 139; mit Brenzcatechinsulfophthalein 417; photometrische Bestimmung mit Hilfe von Gluconsäure 359; spektrophotometrische Bestimmung mit Cuproin 146; Bestimmung durch Präzisionscolorimetrie 131; R_f-Wert 120, 268, 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; indirekte komplexometrische Bestimmung 137; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 135; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; Bestimmung in Milch und Trockenmilch 379; in Eisen und Eisenerzen 435; in Zink 397; in Titanlegierungen 432; von Spuren in metallischem Nickel 442; Bestimmung in Pariser Grün 401; in arsenhaltigen Insecticiden 407; oscillographisch-polarographischer Nachweis in Kobaltsalzen 292; Identifizierung in Staubteilen der Luft 388; Bestimmung in Mineralölen 452; in Petroleumrückständen 451; neben Aluminium oder Chrom 146; neben Eisen 145, 146; chromatographische Trennung von Cadmium, Quecksilber oder Eisen an Jutestengeln 123; Trennung von Thorium 332; von Blei und Zink 205; von Mangan und Eisen in organischen Substanzen 147; spektrographische Bestimmung von Blei in sauerstofffreiem Hochleitfähigkeits-Kupfer 396; Bestimmung von Kobalt neben Kupfer 219, 220; Nachweis von Palladium neben Kupfer 102
Kupfer(I), neues Reagens auf Kupfer(I) 148
Kupfer(II), komplexometrische Bestimmung 244; Titration mit Äthylendiamintetraessigsäure 422; mit Nitrilotriessigsäure 425
Kupferron, Reagens zur Bestimmung von Titan 203; von Eisen(III) 217
Kupfer(II)-thiocyanat, Extraktion mit Tributylphosphat 147
Kupfer-Zink-Legierungen, röntgenspektroskopische Punktanalysen 115

Lacke, Bestimmung von Nitrocellulose und gebundenem Phthalat 461
Lanthan(III), Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274
Laurylmercaptan, Reagens zum Nachweis von Palladium 101
Leber, Bestimmung von Morphin 240
Legierungen, papierchromatographische Bestimmung von Kobalt 220
Leichtmetalle, quantometrische Analyse 106
DNP-Leucinol, chromatographische Abtrennung 314
Linolsäure, Farbreaktion 294
Lipoproteine, papierelektrophoretische Bestimmung sowie Gehalt in normalem und pathologischem Serum 228
Liquor, komplexometrische Bestimmung von Glucose 234; siehe auch Cerebrospinalflüssigkeit
Lithium, R_f-Wert und Identifizierung 121
Lösungen, Erkennung des Umschlags von Indicatoren in gefärbten Lösungen 131; spektralanalytische Untersuchung 103; Bestimmung von Fluorid- und Eisenspuren in sauerstoff- und peroxydhaltigen radioaktiven Lösungen 214
Lucigenin, Indicator für Redoxtitrationen 131
Luft, Messung der aus der Atmosphäre herabfallenden Staubmenge 387; Ermittlung staubförmiger Verunreinigungen 388; Identifizierung von Staubteilchen 388; massenspektrometrische Ermittlung der Verunreinigung durch Kraftfahrzeuge 388; colorimetrische Bestimmung von Methylbromid 387
Luminal, R_f-Wert 222
Luminescenzindicatoren für Redoxtitrationen 131
Luminol, Indicator für Redoxtitrationen 131
2,6-Lutidin, ultrarotspektroskopische Bestimmung in Teerbasenfraktionen 456

Mageninhalt, Nachweis von E 605 399
Magensaft, Bestimmung von Pepsin 231
Magnesium, flammenphotometrische Bestimmung aus alkoholischer Lösung 111; Störung der komplexometrischen Bestimmung durch Phosphat-Ionen 151; gleichzeitige spektrophotometrische Bestimmung mit Calcium 150; automatische photometrische Titration in Carbonatgesteinen 444; Bestimmung in Ton 446; kleiner Mengen in metallischem Nickel 442; in Petroleumrückständen 451; Bestimmung von Eisen neben Magnesium 135
Maleinat, papierelektrophoretische Abtrennung 125
Mangan, Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; R_f-Wert 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 135; Trennung und darauf folgende komplexometrische Bestimmung 216; Nachweis von Spuren im Eisen 111; Bestimmung in Erzen und Gesteinen 444; in Eisen und Eisenerzen 435; in Titanlegierungen 433; in Eisen und Stahl 441; 442; Identifizierung in Staubteilen der Luft 388; Trennung von Kupfer und Eisen in organischen Substanzen 147
Mangan(II)-salze zum Nachweis von Bromat 215
D-Mannose, R_f-Wert 320
Maßanalyse, Anwendung von Komplexverbindungen 197
Medomin, R_f-Wert 222
Mercaptane, potentiometrische Titration mit Silbernitrat 307; Bestimmung in Gasen neben großen Schwefelwasserstoffmengen 389
Mercaptobenzthiazol, heterometrische Bestimmung 152
β-Mercaptopropionsäure, Titration mit Silbernitrat 307
Messinglegierungen, spektralanalytische Untersuchung 103
Metalle, Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen 395; Mikrobestimmung von Kohlenstoff 396; Identifizierung in Staubteilen in der Luft 388; papierchromatographische Trennung der analytischen Gruppen I und IIa 120; Bestimmung in phosphorsauren Salzen 33
Metallfällungen, physikochemische Betrachtungen 140
Metall-Ionen, papierchromatographische Trennung und Nachweis auf imprägniertem Papier 120
Metalloxyde, Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388
Metalltrennungen, physikochemische Betrachtungen 140
Metaphosphat, Nachweis 281
Methoxyl, Bestimmung 304
Methylbromid, colorimetrische Bestimmung in der Luft 387

Methylcellosolve, Lösungsmittel bei Karl-Fischer-Titrationen 141, 142
Methyl-3-Chloranisat, Herstellung mit ^{36}Cl indizierter Präparate 304
Methylhydrazin, colorimetrische Bestimmung 310
N^1-Methylnicotinamid, fluorimetrische Bestimmung 369
2-Methyl-5-nitroso-oxin, Reagens zur Bestimmung von Metall-Ionen 140
Methylol-o-Kresol, papierchromatographische Abtrennung 363
2-Methyl-oxin, Reagens zur Bestimmung von Metall-Ionen 140
Mikrobürette, Verbesserung der Mikrobürette nach Koch 141
Milch, Gerät zur kontinuierlichen Elektrophorese der Proteine 228; stabile Guajakreaktion zur Prüfung auf Hocherhitzung 379; Bestimmung von Kupfer 379; Einfluß der Ausführung der Extraktion auf die Fettbestimmung in Milch 380; Nachweis und Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 381
Milcherzeugnisse mit niedrigem Fettgehalt, Bestimmung von Fett 380
Milchsäure, Nachweis in Gärflüssigkeiten von Traubenmost 371; chromatographische Abtrennung 316
Milchwirtschaftliche Produkte, Nachweis und Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren 381
Mineralien, Bestimmung von Fluor 337
Mineralöle, Bestimmung von Kupfer 452
Mineralschmieröle, komplexometrische Bestimmung von Blei 453
Mintacol, toxikologischer Nachweis 266
Molybdän, Einfluß auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; spektrophotometrische Bestimmung 210; R_f-Wert 437; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 435; Bestimmung von Kobalt neben Molybdän 219
Monazitsand, spektrochemische Bestimmung von Thorium 445; Abtrennung von Thorium 159
Monoäthanolamin, Farbreaktion 294
Monochloressigsäurepuffer, Anwendung zur Titration von Eisen(III) 421; als Puffersubstanz in der Chelatometrie 419; Identifizierung durch Ramanspektren 314
Monoglyceride, chromatographische Trennung 311
Mononitroverbindungen, Farbreaktionen 365
Monophosphat, Nachweis 281, 282
Morphin, toxikologischer Nachweis 265; Bestimmung in biologischem Material 239
Murexid, Stabilität 138

Nachweisgrenze, Bestimmung der Nachweisgrenze 58
Nährlösungen, Bestimmung von Penicillin 237
Nahrungsmittelfärbung, spektrales Remissionsvermögen von Teerfarbstoffen 385
Naphthen-Paraffin-aromatischer Kohlenwasserstoff, refraktometrische Analyse 116
Naphthionsaures Natrium, Reagens zum Nachweis und zur Bestimmung von Nitrit 204
2-Naphthol, Farbreaktion 294
Naphtholsulfonsäuren, Tüpfelreaktionen 365
2-Naphthylamin-3,6-disulfonsäure, Tüpfelreaktion 365
Naphthylaminsulfonsäuren, Tüpfelreaktionen 365
α-Naphthylthioharnstoff, toxikologischer Nachweis 266
Narcotin, toxikologischer Nachweis 265
Natrium, potentiometrische Bestimmung mit Hilfe der Glaselektrode 142; R_f-Wert und Identifizierung 121; Rechenmethode zur Bestimmung neben Kalium 144; flammenphotometrische Bestimmung im Wein 371; in Heu und anderen pflanzlichen Substanzen 190
Natriumacetatlösung, Verwendung bei der Eisen(II)-bestimmung mit Permanganat an Stelle von Zimmermann-Reinhardt-Reagens 216
Natriumarsenit, Maßlösung für Redoxtitrationen 133
Natriumcarbonat, nephelometrische Bestimmung von Sulfat 448
Natriumchlorid, polarographische Bestimmung von Spuren Blei 448
Natriumfluorid, Bestimmung von Fluor 336
Natriumfluorosilicat, zum mikroskopischen Nachweis von Fluor-Ionen 213
Natriumhypochlorit, Maßlösung für Redoxtitrationen 132
Natrium-Kaliumlegierungen, Bestimmung von Kohlenstoff 396
Natriumpermanganat, reduktometrische Bestimmung mit Eisen(II)-perchlorat in wasserfreiem Eisessig 134
Nichteisenlegierungen, Bestimmung von Kobalt 220

Nickel, Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; auf die volumetrische Eisenbestimmung 183, 256; colorimetrische Bestimmung mit neuem Reagens 139; R_f-Wert 437; R_f-Wert und Identifizierung 121; elektrophoretische Beweglichkeit 128; elektrophoretische Abtrennung mittels Komplexbildung 126; oscillographisch-polarographische Bestimmung 292; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 348; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 135; Bestimmung in Titanlegierungen 432; in technischen Sulfatlösungen 137; in Dimethylglyoximfällungen 137; Bestimmung kleiner Mengen Magnesium in metallischem Nickel 442; von Blei- und Kupferspuren 442; von Kobalt neben Nickel 220; von Kobalt neben Nickel mit Dimethylglyoxim 219; Nachweis von Palladium neben Nickel 102
Nickeldimethylglyoxim, Bestimmung von Nickel 137
Nickellegierungen, Intensitätsverlauf der Bezugslinien bei der spektrographischen Analyse 106
Niob, Störungen der Bestimmung durch andere Elemente 82; Verhalten in Schwefelsäure-Wasserstoffperoxydlösungen 80; Identifizierung und Abtrennung 211; photometrische Bestimmung als Peroxyverbindung 73; spektralphotometrische Bestimmung 203; Bestimmung neben Tantal 82; in Eisen und Eisenerzen 435; in Uran und Zirkoniumlegierungen 434; in Stahl 440
Nioblösungen, polarographische Untersuchung 202
Nitrat, spektrophotometrische Bestimmung in natürlichen Wässern 392; polarographische Bestimmung in Pökelsalz und -lake von Fleisch 384
Nitrit, Nachweis und Bestimmung mit naphthionsaurem Natrium 204; polarographische Bestimmung in Pökelsalz und -lake von Fleisch 384
Nitrobenzaldehyde, Charakterisierung 165
m-Nitrobenzoesäure, Reagens auf Thorium 160
o-Nitrobrombenzol, Farbreaktion 365
Nitrocellulose, Bestimmung des Stickstoffgehaltes 461; in Lacken 461; von Dibutylphthalat neben Nitrocellulose in Treibladungen 460
8-Nitrochinolin, Farbreaktion 365
Nitroglycerin, Bestimmung von Dibutylphthalat neben Nitroglycerin in Treibladungen 460
Nitroguanidin, Reduktion mit Titan-(III)-chlorid in Gegenwart von Eisen-(II)-salz 313
1-Nitronaphthalin, Farbreaktion 365
5-Nitroso-oxin, Verwendung in der Analyse 140
Noctal, R_f-Wert 222
Nucleinsäuren, pentosehaltig, Bestimmung mit Anthronreagens 360

Obstsaft, colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure 372; Bestimmung von Invertzucker, Rohrzucker, Fructose und Glucose 375
Obstwein, colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure 372
Öl, Bestimmung in Ölsaaten 457; colorimetrische Bestimmung der Stabilität pflanzlicher Öle gegen das Ranzigwerden 457
Ölsaaten, Bestimmung von Öl 457
Ölsäure, Farbreaktion 294; R_f-Wert der ungesättigten Fettsäure und der Halogenfettsäure 313
Oktophosphat, Nachweis 281, 282
Organische Analyse, Verwendung von Halogen-Kobalt(II)-acetat-Essigsäure 294
Organische Mikroanalyse, neue Waagentypen 293
Organische Säuren, Phenol-2,6-dichlorindophenol, Sprühreagens 121; chromatographische Trennung nicht flüchtiger organischer Säuren 312; Ultrarotanalyse der Natriumsalze 312
Organische Substanzen, differentielle Thermoanalyse 303; Trennung von wenig Kupfer, Mangan und Eisen 147; gleichzeitige Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und ^{14}C 297; Bestimmung von ^{14}C 296; Mikrobestimmung von Stickstoff 299; von N, S, Cl und Br 300; von Schwefel 301; Mikro-Halogennachweis mit der Beilstein-Probe 302
Organische Verbindungen, mit hohem Fluorgehalt, Bestimmung von Kohlenstoff und Fluor 295; von ^{14}C durch Verbrennung 296; der Halogene und des Schwefels 302
Organisches Material, Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388

Ornithin, Abtrennung aus Gelatinehydrolysaten 319
Orthophosphat, Nachweis 281, 282; Genauigkeit der alkalimetrischen Bestimmung 37; chromatographische Abtrennung 280, 285; Bestimmung in kondensierten Phosphaten 289; neben Pyro- und Triphosphat 288
Orthotrikresylphosphat, toxikologischer Nachweis 267
Oscillographisch-polarographische Analyse 116
Osmium, Bestimmung in biologischen Präparaten 224
Ovalbumin, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Oxalat, Nachweis und Bestimmung 315; Einfluß auf die Bestimmung von Phosphorsäure 30
Oxalessigsäure, papierchromatographische Abtrennung aus biologischem Material 225
Oxalsäure, chromatographische Bestimmung 312
Oxime, Einfluß des Molekülbaus auf die Eigenschaften ihrer Metallverbindungen 198
Oxin, Fällungsreagens zur Bestimmung von Metall-Ionen 140
4-Oxybenzthiazol, Imprägniermittel zu papierchromatographischen Trennungen von Metall-Ionen 120
p-Oxybenzylalkohol, papierchromatographische Abtrennung 363
Oxycarbonsäuren, Mikroanalyse aromatischer Oxycarbonsäuren 367
Oxyde, Bestimmung in Eisen 436
2-Oxy-3,5-dijodbenzoesäure, Reagens auf Thorium 159
2-Oxy-1-Naphthaldehyd, Charakterisierung 165
8-Oxy-5-nitrosochinolin, siehe 5-Nitroso-oxin
2-(o-Oxyphenyl)-benzthiazol, fluorimetrisches Reagens auf Beryllium 149; Fluorescenzspektren 150
Oxytoluylsäure, Fällungsreagens für Thorium 157

Palladium, Nachweis mit Laurylmercaptan 101; neben Fremd-Ionen 102; in Edelmetallgegenständen 443; komplexometrische Bestimmung 292
Papierchromatographie, Zonendetektor für Analysen 122; Einflüsse auf die R_f- und S-Werte bei Verwendung von imprägniertem Papier 339; Einfluß von Komplexbildung auf die Wanderungsgeschwindigkeit von Ionen 120; Zusammenhang zwischen R_f-Werten bei eindimensionalen und Ringchromatogrammen 119; quantitative Auswertung von Flecken 122; Nachweis und Trennung von Metall-Ionen auf imprägniertem Papier 120; Eluierflüssigkeit für nichtflüchtige organische Säuren 312; Phenol-2,6-dichlorindophenol, Sprühreagens für organische Säuren 121
Papierelektrophorese, Apparatur zur Hochspannungs-Papierelektrophorese 124; Gerät zur Papier- und Trägerelektrophorese 125; Apparatur zur zweidimensionalen Elektrophorese von Aminosäuren 317; Gerät mit Kühlung und Trocknungsmöglichkeit 124; Zonendetektor für Analysen 122; Trennung anorganischer Stoffe mit Hilfe von Komplexbildnern 126; 127; Verbesserung der Reproduzierbarkeit bei der Papierelektrophorese 123
Paraffin, Bestimmung in Wachsen und Wachsverschnitten 456
n-Paraffine, Bestimmung in Vaseline 455
Paraffin-Naphthen-aromatischer Kohlenwasserstoff, refraktometrische Analyse 116
Parathion, toxikologischer Nachweis 266
Pariser Grün, Analyse 401
Pektinstoffe, Bestimmung von Acetylgruppen 382
Penicillin, Bestimmung in Futterzusatzmitteln und Futtermitteln 238; durch Isotopenverdünnungsanalyse in Nährlösungen 237; Bestimmung in Gärflüssigkeiten 237
Penicillinsäure, Bestimmung in Gärflüssigkeiten 237
Pentaphosphat, Nachweis 281, 282; chromatographische Abtrennung 285
Pepsin, Bestimmung im Magensaft 231
Pepsinogen, Bestimmung im Urin 234
Peptide, Bestimmung mit Ninhydrin-Kupferreagens 319; Trennung von Aminosäuren durch Hochspannungselektrophorese 125
Pernocton, R_f-Wert 222
Peroxyde, statistischer Vergleich von Bestimmungsmethoden für organische Peroxyde 305
Petroläther, Farbreaktion 294
Petroleum, spektralphotometrische Bestimmung aliphatischer Thioäther 309; Bestimmung von Benzo-α-pyren in Crackrückständen 455
Petroleumaschen, Anwendung des logarithmischen Sektors für die spektrographische Analyse 450

Petroleumfraktionen, Bestimmung aliphatischer Thioäther 309
Pflanzliche Substanzen, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 190
p_H-Messung, Alkalifehler der Glaselektrode 118
Phanodorm, R_f-Wert 222
Pharmazeutische Analyse, Verwendung der Ultrarotspektroskopie 221; Reinheitsprüfung von Kohlendioxyd 221
Pharmazeutische Produkte, Abtrennung und Bestimmung von Quecksilber 221
Phenacetin, toxikologischer Nachweis 265
Phenol, Farbreaktion 294; papierchromatographische Abtrennung 363; R_f-Werte und Farbreaktion 363; Bestimmung in Bier 375
Phenolalkohole, papierchromatographische Trennung 363
Phenol-2,6-dichlorindophenol, Sprühreagens für organische Säuren 121
Phenole, toxikologischer Nachweis 264; Trennung einwertiger Phenole 363; flüchtiger Phenole nach dem Chromatoplate-Verfahren 363
Phenolester, Titration in Äthylendiamin als Lösungsmittel 364
DNP-Phenylalaninol, chromatographische Abtrennung 314
Phenylallylbarbitursäure, R_f-Wert 222
Phenylessigsäure, Reagens zur gravimetrischen Thoriumbestimmung 159
Phenylglyoxylsäure, polarographische Untersuchung 116
Phenylgruppen, ultrarotspektroskopische Bestimmung des Verhältnisses zu p-Tolylgruppen in Tetraarylsilanen und Hexaaryldisilanen 362
1-Phenyl-2-methyl-pyraz-dion(3,6), Methoxylbestimmung 304
4-Phenylthiosemicarbazid, Reagens auf Aldehyde und Ketone 164
Phloroglucin, Farbreaktion 294
Phosphat, colorimetrische Bestimmung 280; Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Phosphat 172; Bestimmung in perchlor- und schwefelsauren Lösungen von Uranphosphaten 450; rasche Bestimmung in Kesselwasser 449; Störung der Ca- und Mg-Bestimmung durch Phosphat 151
Phosphat-Anionen, Trennung und Bestimmung 283
Phosphate, quantitative Bestimmung 282; spezifische Fällungsreagentien für kondensierte Phosphate 290; papierelektrophoretische Analyse kondensierter Phosphate 286; papierchromatographische Trennung und Bestimmung kondensierter Phosphate 287; Bestimmung von Orthophosphat in kondensierten Phosphaten 289; schwerlösliche Verbindungen kondensierter Phosphate mit organischen Basen 291
Phosphit, papierchromatographische Abtrennung 280
Phosphor, toxikologischer Nachweis 264; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 435; direktschreibende spektrochemische Bestimmung in Stahl und Eisenerz 440; spektrographische Bestimmung im Stahl 440; Bestimmung im Stahl mit dem Quantometer 106; spektrale Bestimmung im Stahl mit der Profilierungsmethode 439; Bestimmung in Gußeisen 449; in organischen Phosphorverbindungen 450
Phosphorsäure, Analytik der Säuren des fünfwertigen Phosphors 29; papierchromatographische Trennung der Sauerstoffsäuren des Phosphors 278; Überprüfung acidimetrischer Methoden zur Bestimmung der Orthophosphorsäure 277; papierchromatographische Trennung der Orthophosphat-Ionen von Kationen 278; colorimetrische Bestimmung der nicht gebundenen Phosphorsäure in Alkylphosphaten 289
Phosphorsäurethioester, toxikologischer Nachweis 266
Phosphorsaure Salze, Bestimmung von Metall 33
Phosphorverbindungen, organische, rasche Bestimmung von Phosphor 450
Phosphor-18-Wolframsäure, Verwendung zur colorimetrischen Bestimmung von Ascorbinsäure 374
Phthalat, Bestimmung von gebundenem Phthalat in Lacken 461
Picoline, ultrarotspektroskopische Bestimmung 456; Bestimmung in Teerbasenfraktionen 3, 456; in zugehörigen Fraktionen 10
α-Picolinfraktion, Bestimmung von Pyridin 8
β-Picolinfraktion, ultrarotspektroskopische Analyse 456
Piperonal, Charakterisierung 165
Plasma, Bestimmung von Ammoniak 223; von Inulin 235; von Kreatinin 233

Platin, thermogravimetrische Untersuchung der analytisch verwerteten Niederschläge 292; Nachweis in Edelmetallgegenständen 443; von Palladium neben Platin 102
Platinmetalle, Überblick über die Trennungsmethoden 293
Pökellake, polarographische Bestimmung von Nitrat und Nitrit 384
Pökelsalz, polarographische Bestimmung von Nitrat und Nitrit 384
Polarographie, oscillographisch-polarographische Analyse 116; in der Eisenanalyse 435
Polyäthylenglykole, papierchromatographische Untersuchung 464
Polynitroverbindungen, Tüpfelreaktion 366
Polyphenyle, Identifizierung 362
Polyphosphate, Nachweis 280, 281; chromatographische Trennung 285; Bestimmung von Orthophosphat 289
Polyphosphorsäuren, Anwendung als Komplexbildner 138
Polysaccharide, Hydrolyse durch Kationenaustauscher 361; elektrophoretische Trennung 361
Potentiometrie, Titrationsverfahren 117; Titrationen an Membranelektroden aus Ionenaustauscherharz 118; unter Benutzung der katalytischen Zersetzung des Wasserstoffperoxyds an der Platinelektrode 195; Verwendung in der Eisenanalyse 435
Präzisionscolorimetrie, Prinzip 129; Differentialmethode 130; Temperatureinflüsse bei der Präzisionscolorimetrie 129
Presse, zur Herstellung von Preßlingen aus $Ba^{14}CO_3$ 299
Prolamine, Bestimmung der N-endständigen Aminosäuren 319
DNP-Prolinol, chromatographische Abtrennung 314
Prominal, R_f-Wert 222
Propionsäure, chromatographische Abtrennung 316
Proteine, Gerät zur kontinuierlichen Papierelektrophorese von Milchproteinen 228; Absorptionsmessung der gefärbten Banden in der Papierelektrophorese 230; Papierelektrophorese von Serum- und Urinproteinen 226; Trennung durch Hochspannungselektrophorese 125
Proteinhydrolysate, papierlektrophoretische Trennung der Aminosäuren 125
Puffer, Anwendung bei komplexometrischen Titrationen 419
Pyridin, Farbreaktion 294; photometrische Bestimmung in Teerbasenfraktionen 3; in der α-Picolin-Fraktion 8
Pyridinbasen, ultrarotspektroskopische Analyse 456
Pyridin-Pyrazolonreagens zur Mikrobestimmung von Cyanid 155
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol als analytisches Reagens 138
Pyrophosphat, Nachweis 281; Prüfung der Bestimmungsmethoden 287; chromatographische Abtrennung 280, 285; röntgenographische Bestimmung 290; Bestimmung neben Ortho- und Triphosphat 288; radiochemische Bestimmung neben Triphosphat 290

Quantometer, Aufbau und Arbeitsweise 105
Quecksilber, Mikrobestimmung 153; spektrophotometrische Bestimmung 201; chromatographische Trennung von Kupfer und Blei an Jutestengeln 123; R_f-Wert 120, 268; R_f- und S-Wert auf verschieden imprägniertem Papier 342, 343; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; heterometrische Bestimmung 152; Bestimmung in Erzen und Hüttenprodukten 25, 152; Abtrennung von anderen Stoffen in pharmazeutischen Produkten 221; Nachweis von Palladium neben Quecksilber(II) 103
Quecksilber(I), R_f-Wert und Identifizierung 121
Quecksilber(II), Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; R_f-Wert und Identifizierung 121; elektrophoretische Beweglichkeit 128
Quecksilberzelle für kathodische Trennungen 117

Radium, Bestimmung in Wasser 392
Radon, Bestimmung in Wasser 392
Rahm, Einfluß der Acidität und Temperatur auf die Fettbestimmung 381
Redoxtitrationen mit Luminescenzindicatoren 131
Refraktometrie, ternärer Systeme 115
R_f-Werte auf imprägniertem Filterpapier 339; mathematische Zusammenhänge bei eindimensionalen und Ringchromatogrammen 119; Abhängigkeit von der Zusammensetzung des Elutionsmittels 119
R_G-Werte verschiedener Zucker 375
Rhamnose, Bestimmung 360

Rhodamin B zum Nachweis von Gallium 154
Rhodanid, Titration mit Luminol als Indicator 132
Rhodium, Nachweis in Edelmetallgegenständen 443; Nachweis von Palladium neben Rhodium 102
Ribose, Bestimmung mit Anthronreagens 360
D-Ribose, R_f-Wert 320
Ringofenmethode zur qualitativen und halbquantitativen anorganischen Analyse 131
Ringpapierchromatographie, Fehlerquellen 122
Röntgenspektroskopie, Punktanalyse 115
Röntgenstrahlenquantometer, Verwendung für analytische Zwecke 115
Rohrzucker, Bestimmung in Wein, Süßwein, Obst- und Fruchtsäften 375
Rote Rüben, Titration von Ascorbinsäure im Saft 131

S-Werte auf imprägniertem Filterpapier 339
Saccharin, polarographische Bestimmung 367
Säulenchromatographie, Fraktionssammler 119; R_f-Werte und Zusammensetzung des Elutionsmittels 119; Teilchengröße und chromatographische Aktivität von Kieselsäure 119
Säure, potentiometrische Titration an Membranelektroden 118; Bestimmung sehr kleiner Mengen in ionenarmem Wasser 390; papierchromatographischer Nachweis der bei der Gärung entstehenden nichtflüchtigen Säuren 371; Bestimmung der Gesamtsäure in Wein 372; siehe auch organische Säuren, sowie starke Säuren
Salicylaldehyd, Charakterisierung 165
Salicylsäure, Nachweis im Wein 374
Saligenin, papierchromatographische Abtrennung 363
Salzsäure, Bestimmung neben Schwefelsäure 133
Sauerstoff, Erfahrungen bei der Bestimmung nach Unterzaucher 300; Ursachen des Blindwertes bei der Bestimmung nach Unterzaucher 301; abgewandeltes Verfahren bei der Bestimmung nach Unterzaucher 301; Bestimmung in Wasser 207; Prinzip und Anwendung der elektrochemischen Bestimmung in Wasser 392; Bestimmung in Kesselspeisewasser 393; in Beryllium oder Zirkonium 396; in Zink und Cadmium 397; in Eisen 436; Übersicht der Bestimmungsmethoden im Stahl 441; amperometrische Bestimmung in flüssigen Bakterienkulturen 224
Sauerstofflot 393
Schätzungsanomalien beim Wägen 199
Scheeles Grün, Analyse 405, 413
Schieferöl, Elutionschromatographische Untersuchung 455
Schleim, butyrometrische Bestimmung von Fett 382
Schnellregistrierphotometer zur Auswertung von Spektralaufnahmen 107
Schwefel, Bestimmung durch Titration mit Natriumcyanidlösung 207; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 435; in organischen Verbindungen 302; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 300, 301; Bestimmung nach der Lampenmethode in flüchtigen Kohlenwasserstoffgemischen 453; in Benzin durch den Sommer-Test 453
Schwefelsäure, Bestimmung neben Salzsäure 133; Identifizierung in Staubteilchen in der Luft 388
Schwefelsäureaerosole, Mikrobestimmung 390
Schwefelverbindungen, Bestimmung in Erdölfraktionen 454
Schwefelwasserstoff, Bestimmung in Gasen 208; von Mercaptanen neben Schwefelwasserstoff in Gasen 389
Schwefelwasserstoffapparat für hohen Druck 141
Schweröl fraktion, Identifizierung verschiedener Verbindungstypen 452
Sedimente, spektrochemische Untersuchung feurigflüssiger Sedimente 105
Seewasser, Bestimmung von Nitrat 392
Selen, argentometrische Bestimmung 40; coulometrische Mikrobestimmung 209; Bestimmung neben Tellur 43
Selenverbindungen, Analyse 44
Seltene Erden, Trennung der Yttererden durch Ionenaustausch 154; von Thorium 159
Serin, Mikrobestimmung in Weizenkeimen 384
Serum, Entfärbungsmethode für angefärbte Pherogramme zur Aufhellung des Untergrundes 230; planimetrische Bestimmung des Gesamteiweißgehaltes 231; Bedingungen der Papierelektrophorese für Proteine 226; Bestimmung von Lipoproteinen

in normalem und pathologischem Serum 228
Serumalbumine, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Serumlipoproteine, papierelektrophoretische Untersuchung 125
Silber, neues Reagens auf Silber 148; spektrophotometrische Bestimmung 201; R_f-Wert 120; R_f-Wert und Identifizierung 121; R_f- und S-Wert auf verschieden imprägniertem Papier 342, 343; Abtrennung von radioaktivem Silber aus Lösungen 148; Bestimmung mit 1,2,3-Benztriazol in raffiniertem Wismut 433; spektrographische Bestimmung in Petroleumrückständen 451
Silicate, spektrographische Analyse im Wechselstrombogen 104; im Gleichstromlichtbogen 104; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 436
Silicatgesteine, Schnellbestimmung von Wasser 446
Silicatmineralien, Bestimmung von Kalium 143
Silicium, photometrische Bestimmung 200; Bestimmung in Ton 446; in Eisen und Eisenerzen 435; in verschiedenen Stäuben 105; in Petroleumrückständen 451; von Arsen durch Radioaktivierung 398
Silicofluoride, Bestimmung von Fluorid 214
SNADNS zum Nachweis und zur Bestimmung von Thorium 270; Verwendung als Indicator bei der komplexometrischen Thoriumbestimmung 328; bei der volumetrischen Fluoridbestimmung 333
Sommer-Test, Bestimmung von Schwefel in Benzin 453
Soxhlet-Apparatur, Verbesserung 199
Speisewürzen, Bestimmung der Aminosäuren 378
Spektralanalyse, Einzelstrahlspektrometer zur unmittelbaren Registrierung der Intensitätsverhältnisse 108; photometrische Funktion von Spektralphotometern 109; Schnellregistrierphotometer zur Auswertung von Spektralaufnahmen 107; direktschreibende spektrochemische Analyse 106; neue Elektrodenform für Lösungsspektralanalyse 104; halbquantitative Analyse nach Harvey 108; systematische Beobachtungen über Abfunkvorgänge 109; Diskussion leitprobenfreier Verfahren 109; Genauigkeit spektrochemischer Additionsverfahren 109; Fehlerverringerung bei der Analyse im Lichtbogen 108; Überwachung der Hochfrequenzenergie in spektrochemisch genutzten Funkenstrecken 110; von Lösungen zur Analyse von Legierungen 103; Nachweis kleiner Mengen von Elementen neben großen Mengen anderer Elemente nach papierchromatographischer Abtrennung 110; Verwendung in der Eisenanalyse 434
Spektralphotometer, photometrische Funktion 109
Spektrophotometrie, in der Eisenanalyse 434
Spurenanalyse mit Hilfe der Präzisionscolorimetrie 129
Stärkeschicht, Anwendung als Träger in der Elektrophorese 125
Stahl, rundfilterchromatographische Bestimmung von Metallen in Spezialstählen 436; Bestimmungsmethoden von Aluminium 437; Bestimmung kleiner Mengen Zinn 437; von Titan und Vanadium nebeneinander 439; von Phosphor mit dem Quantometer 106; direktschreibende spektrochemische Bestimmung von Phosphor 440; spektrale Bestimmung von Phosphor und Kohlenstoff in Stählen mit der Profilierungsmethode 439; Bestimmung von Niob 440; Übersicht der Bestimmungsmethoden von Sauerstoff 441; Bestimmung von Mangan 441, 442; von Kobalt 218, 220
Starke Säuren, potentiometrische Bestimmung neben Dichromat 196
Staub, Ermittlung in der Luft 388; Messung der herabfallenden Menge in der Luft 387; spektrographische Bestimmung des Siliciumgehaltes verschiedener Stäube 105
Staubteilchen, Identifizierung in der Luft 388
Stearate, komplexometrische Bestimmung von Zink und Calcium 459
Steinkohlenteerfraktionen, Bestimmung von Fluoren 398
Stickstoff, Gewinnung von Kohlendioxyd zur Mikrobestimmung nach Dumas 300; Bestimmung in Eisen 436; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 299, 300; Bestimmung in Nitrocellulose 461
Strontium, flammenphotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen 151; R_f-Wert und Identifizierung 121; Bestimmung von radioaktivem Strontium in Wasser 390
Strychnin, toxikologischer Nachweis 265

Süßwein, Bestimmung von Invertzucker, Rohrzucker, Fructose und Glucose 375
Sulfat, potentiometrische Titration an Membranelektroden 118; Bestimmung in Gegenwart von Eisen(II)- und Eisen(III)-salzen in Wasser 393; nephelometrische Bestimmung in analysenreinem Calcium-, Natrium- oder Kaliumcarbonat 448; komplexometrische Titrationen in Gegenwart von Sulfat 350
Sulfatlösungen, komplexometrische Bestimmung von Nickel oder Kobalt in technischen Sulfatlösungen 137
Sulfid, Titration mit Luminol als Indicator 132; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 436; Mikrobestimmung von Cyanid neben viel Sulfid 200
Sulfit, Titration mit Luminol als Indicator 132; polarographische Bestimmung in Abwasser 393

Tantal, Lichtabsorption des fünfwertigen Tantals 73; Störung bei der Niobbestimmung 82; Identifizierung und Abtrennung 211; Bestimmung neben Niob 82; Bestimmung in Uran und Zirkoniumlegierungen 434; in Eisen und Eisenerzen 435
Teerbasenfraktionen, photometrische Bestimmung von Pyridin, β- und γ-Picolin 3; Bestimmung von Picolinen, Lutidin und Äthylpyridin 456
Teerfarbstoffe, spektrales Remissionsvermögen von Teerfarbstoffen für die Nahrungsmittelfärbung 385
Tellur, Bestimmung von Selen neben Tellur 43
Terphenyle, Identifizierung 362
Tetraarylsilane, ultrarotspektroskopische Bestimmung des Verhältnisses von Phenyl- zu p-Tolylgruppen 362
Tetrabromfluorescein, bei der photometrischen Bestimmung von Brom 68
Tetrametaphosphat, Nachweis 282; chromatographische Abtrennung 280, 285
Tetraphosphat, Nachweis 281, 282; chromatographische Abtrennung 285
Thallium, R_f-Wert 268
Thallium-Ionen, Fällung mit Derivaten von Oxin 140
Thermoanalyse, siehe Differential-Thermoanalyse
Thiaminpräparate, chromatographische Reinheitsprüfung synthetischer Präparate 385
Thioacetamid, Überblick über die Anwendungsmöglichkeiten 139
Thioäther, spektralphotometrische Bestimmung in Rohpetroleum und dessen chromatographischen Fraktionen 309
Thiobarbitursäuren, quantitative Bestimmung 222
Thiobenzophenon, volumetrische Bestimmung 366
Thiole, potentiometrische Bestimmung mit Silbernitrat 307
Thiopental, quantitative Bestimmung 222
Thiophen, Bestimmung im Benzol 321
Thiophos, toxikologischer Nachweis 266
Thiosulfat, Titration mit Luminol als Indicator 132, 133; mit Kupfer(III)-salzen 139; oxydimetrische Bestimmung mit Natriumvanadat 209
Thiothyr, quantitative Bestimmung 222
Thorium, Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten und Tüpfelreaktion 274; Einfluß der Wasserstoff-Ionenkonzentration auf die Bestimmung 331; Einfluß verschiedener Elemente auf die Bestimmung mit SNADNS 331; Nachweis und Bestimmung mit 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 159; mit SNADNS 270; Bestimmung mit Jodbenzoesäuren 159; gravimetrische Bestimmung mit Benzolphosphorsäure 160; mit Oxytoluylsäure 157; volumetrische und gravimetrische Bestimmung mit m-Nitrobenzoesäure 160; titrimetrische Bestimmung mit Hilfe von Azoverbindungen der Chromotropsäure 328; Bestimmung mit 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und Guajakoxyessigsäure 157; spektrochemische Bestimmung im Monazitsand im Gleichstrombogen mit Graphitpulver 445; photometrische Bestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein 414; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 350; komplexometrische Bestimmung durch Rücktitration mit Wismut 354; Bestimmung kleiner Mengen durch Radioaktivierung 160; Trennung von Kupfer, Eisen und Aluminium 332; von Seltenen Erden und aus dem Monazitsand 159; von Zirkonium, Titan und Eisen 158; von Uran 158
Thymol, R_f-Werte und Farbreaktion 363
Thyroxin, Nachweis durch Katalyse der Cer(IV)-sulfat-Arsenigsäurereaktion 236

Tinte, papierchromatographische Untersuchung für forensische Zwecke 400
Tintenschriften, papierchromatographische Untersuchung für forensische Zwecke 400
Titan, Verhalten in Schwefelsäure-Wasserstoffperoxydlösungen 80; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; Störung bei der Niobbestimmung 82; Einfluß auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; Bestimmung mit Kupferron 203; spektralphotometrische Bestimmung 203; Untersuchung der spektrophotometrischen Bestimmung von Titan(IV) mit Gallussäure 201; R_f-Wert 437; Bestimmung mit Hilfe von Komplexon IV 136; polarographische Bestimmung in Hochtemperaturlegierungen 438; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 436; neben Vanadin im Stahl 439; neben viel Eisen 203; Abtrennung bei der Niobbestimmung 83; Trennung des Thoriums von Titan 158
Titanlegierungen, polarographische Bestimmung einzelner Metalle 432
Titanlösungen, polarographische Untersuchung 202
Titration in wasserfreien Lösungen, Eisen(II)-perchlorat als Reduktionsmittel 134
Toluol, Farbreaktion 294
p-Tolylgruppen, ultrarotspektroskopische Bestimmung des Verhältnisses zu Phenylgruppen in Tetraarylsilanen und Hexaaryldisilanen 362
Tomatensaft, Titration von Ascorbinsäure 131
Ton, Spektralanalyse 446
Toxikologische Analyse nach Feldstein und Klendshoj 264
Traubenmost, papierchromatographischer Nachweis der bei der Gärung entstehenden nichtflüchtigen Säuren 371
Traubensaft, colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure 372
Treibladungen, Bestimmung von Dibutylphthalat 460
Triäthanolamin zur papierelektrophoretischen Trennung anorganischer Ionen 127
Tribromanthrarufin, Reaktion mit Bor 153
Trichloressigsäure, Identifizierung durch Ramanspektren 314
Triglyceride, chromatographische Trennung 311
2,3,5-Trijodbenzoesäure, Reagens auf Thorium 159
Trilon B, Bestimmung von nicht komplex gebundener Äthylendiamintetraessigsäure 241
Trimetaphosphat, Nachweis 282; chromatographische Abtrennung 280, 285
Trimethylenglykol, Bestimmung in rohem Glycerin 460
Triphenylmethylarsoniumsalz, Indicator bei der Titration von Eisen(II) mit Dichromat 217
Triphenylselenoniumjodobismutit, Zusammensetzung 205
Triphosphat, Nachweis 281, 282; Prüfung der Bestimmungsmethoden 287; colorimetrische Bestimmung 290; chromatographische Abtrennung 280, 285; röntgenographische Bestimmung 290; Bestimmung neben Ortho- und Pyrophosphat 288; radiochemische Bestimmung neben Pyrophosphat 290
Tripolyphosphat, Überprüfung der Bestimmungsmethoden 287; röntgenographische Bestimmung 290
Tris-(äthylendiamin)-kobalt(III)-chlorid, Reagens auf kondensierte Phosphate 290
Tris-(propylendiamin)-kobalt(III)-chlorid, Reagens auf kondensierte Phosphate 290
Tritium, Bestimmung in Wasser 395; in organischen Verbindungen 297
Trockenmilch, Bestimmung von Kupfer 379
Trypsinogen, photometrische Bestimmung auf Chromatogrammen 232
Tryptophan, Einfluß auf die Anthronreaktion proteingebundener Kohlenhydrate 358
Turbinenkondensat, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207

Ultrarotanalyse von Substanzen in flüssigem Paraffin 114
Ultrarotspektroskopie, Absorptionsmessungen mit UV-Spektrometern 113; haltbare Kaliumbromidpreßlinge 114; Gas-Standards für Äther und Alkohol 114; Mörser zur Zerkleinerung des Mineral-Öl-Mulls 114; Ultrarotspektren und Abweichungen 112; Verwendung in der pharmazeutischen Analyse 221
Ultraviolettspektrophotometer zu Absorptionsmessungen im Ultrarot 113
Ultraviolettspektrophotometrie, heizbare Gasküvette 114
Undecylensäure, R_f-Wert der ungesättigten Säure und der Halogenfettsäure 313
Uran, papierchromatographische Abtrennung 213; Bestimmung durch

Neutronenaktivierung in verschiedenen Produkten 213; Identifizierung in Staubteilen der Luft 388; Trennung von Thorium 158; Bestimmung und Trennung von Eisen 212; Bestimmung von Niob und Tantal in Uran 434
Uran(VI), elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126
Uranphosphate, Bestimmung von Phosphat in perchlor- und schwefelsauren Lösungen 450
Urin, Auftrennung eines Phenolextraktes durch Hochspannungselektrophorese 125; Bedingungen der Papierelektrophorese für Proteine 226; Nachweis von Kalypnon 400; Bestimmung von Ammoniak 223; spektrophotometrische Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 225; Bestimmung von Morphin 240; von Inulin 235; von Pepsinogen 234; siehe auch Harn
Urtitersubstanzen, Einfluß der Verunreinigungen auf die Brauchbarkeit 133

Vakuumdestillation, Rührer zum Erzielen von gleichmäßigem Sieden 140
DNP-Valinol, chromatographische Abtrennung 314
Vanadium, Einfluß auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; Fällung mit Halogenderivaten des 8-Oxychinolins 206; Tüpfelreaktion 205; Bestimmung von Vanadin(IV) mit alkalischer Jodlösung 207; colorimetrische Bestimmung mittels katalytischer Reaktion 206; spektralphotometrische Bestimmung 203; coulometrische Bestimmung 205; R_f-Wert 437; indirekte komplexometrische Bestimmung 138; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 436; neben Titan im Stahl 439; von Mangan in Stahl in Gegenwart von Vanadium 442; von Kobalt neben Vanadium 219
Vanillin, Charakterisierung 165
Variaminblau B, Indicator zur komplexometrischenEisenbestimmung250
Vaseline, Bestimmung des n-Paraffingehaltes 455
Veratrin, toxikologischer Nachweis 265, 266
Verchromungsbäder, Bestimmung von Fluor 450
Veronal, R_f-Wert 222
Veronalnatriumpufferlösung zur Elektrophorese von Eiweiß 229
Verunreinigungen, Einfluß auf die Brauchbarkeit von Urtitersubstanzen 133
Vitamin B_1, Bestimmung nach der Thiochrommethode 385
Vitamin B_{12}, chromatographische Auftrennung im Faulschlamm 386; elektrophoretische Bestimmung 386

Waagen für die organische Mikroanalyse 293
Wachse, Bestimmung von Paraffin 456
Wachsverschnitte, Bestimmung von Paraffin 456
Wägen, individuelle Schätzungsanomalien 199
Wasser, Bestimmung nach Karl-Fischer mit Methylcellosolve als Lösungsmittel 141, 142; Schnellbestimmung in Silicatgesteinen 446; Bestimmung der Alkalität und Gesamtkationen 390; von sehr kleinen Mengen Säuren und Alkalien in ionenarmem Wasser 390; von Deuteriumoxyden 394; von Tritium 395; von Radon und Radium 392; von radioaktivem Strontium und Barium 390; kleiner Mengen Hydrazin 177; von Nitrat 392; Prinzip und Anwendungsmöglichkeiten der elektrochemischen Sauerstoffmessung 392; Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207; von Sulfat-Ionen 393; von Chlor-Ionen 215; von Jod 393; siehe auch Abwasser, sowie Kesselwasser, Kesselspeisewasser und Seewasser
Wasserstoff, Mikroapparatur nach Zerewitinoff zur Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 304; Mikrobestimmung mit Hilfe von Ammoniumsulfamat 294; Bestimmung in Beryllium oder Zirkonium 396; in Eisen 436
Wasserstoffperoxyd, Maßlösung für Redoxtitrationen mit Luminescenzindicatoren 131; potentiometrische Titrationen an der Platinelektrode unter Ausnutzung der katalytischen Zersetzung von H_2O_2 195
Wein, Bestimmung von Kalium 370; von Kalium und Natrium 371; der Gesamtsäure 372; von Äpfelsäure 372; von Citronensäure 373; Nachweis von Salicyl- und Benzoesäure 374; Bestimmung von Ascorbinsäure 374; von Invertzucker, Rohrzucker, Fructose und Glucose 375
Weinähnliche Produkte, Bestimmung von Citronensäure 373
Weinhaltige Erzeugnisse, Bestimmung von Citronensäure 373

Weinverbesserungszucker, siehe Zucker
Weißzucker, siehe Zucker
Weizenkeime, Mikrobestimmung von Inosit, Colamin, Serin und Cholin 384
Wismut, spezifische, funktionell-analytische Gruppen 197; Einfluß auf die komplexometrische Eisenbestimmung 255; Mikrobestimmung 153; colorimetrische Bestimmung mit Brenzcatechinsulfophthalein 325; R_f-Wert 120; R_f-Wert und Identifizierung 121; elektrophoretische Trennung mittels Komplexbildung 126; komplexometrische Bestimmung durch Rücktitration 353; Trennung von Blei und Zink 205; Bestimmung kleiner Mengen Silber in Wismut 433; Nachweis von Palladium neben Wismut 102
Wolfram, Einfluß auf die volumetrische Eisenbestimmung 183; Störung bei der Niobbestimmung 82; Abtrennung bei der Niobbestimmung 83; Fällung in organischen Mitfällungsmitteln 212; Identifizierung und Abtrennung 211; Bestimmung von Kobalt neben Wolfram 219

Xanthion, volumetrische Bestimmung 366
Xylenole, papierchromatographische Abtrennung 363
Xylol, Farbreaktion 294
D-Xylose, R_f-Wert 320

Yttererden, Trennung durch Ionenaustausch 154
Yttrium-Ionen, Fällung mit Derivaten von Oxin 140

Zerewitinoff-Mikroapparatur, Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 304
Zichorie, Bestimmung des Anteiles in Mischungen mit Kaffee 383
Zimtaldehyd, Charakterisierung 165
Zimtsäurederivate, papierchromatographisches Verhalten 366
Zink, Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit SNADNS 331; auf die komplexometrische Bestimmung von Eisen 256; Farbumschlag bei der Titration nach Urbasch 16; colorimetrische Bestimmung mit neuem Reagens 139; R_f-Wert 268; R_f-Wert und Identifizierung 121; Bestimmung in Erzen 444; in Chromatfarben 448; Identifizierung in Staubteilen in der Luft 388; komplexometrische Bestimmung in Stearaten 459; neben größeren Mengen Eisen 185; Trennung von Arsen, Kupfer und Wismut 205; polarographische Bestimmung von Kupfer, Eisen, Cadmium und Blei 397; Mikrobestimmung von Sauerstoff 397
Zink-Kupfer-Legierungen, röntgenspektroskopische Punktanalyse 115
Zinkstearat, Bestimmung von Zink 459
Zinn, Abtrennung bei der Niobbestimmung 83; chromatographische Abtrennung an Jutestengeln 123; R_f-Wert 268; photometrische Bestimmung mit Kakothelin in Eisen und Stahl 437; spektrographische Bestimmung in Petroleumrückständen 451; Bestimmung von Eisen neben zweiwertigem Zinn 262
Zinn(II), Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274; R_f-Wert und Identifizierung 121
Zinn-Blei-Legierungen, Bestimmung von Blei 201
Zirkonium, Nachweis mit Arsinsäuren 155; spektrochemische Bestimmung 156; spektrophotometrische Bestimmung mit SPADNS 156; amperometrische Bestimmung in flußsäurehaltigen Lösungen 156; Reaktion mit Komplexon und Einfluß auf Titrationen 349; Bestimmung in Eisen und Eisenerzen 436; Trennung des Thoriums von Zirkonium 158; spektralanalytische Bestimmung von Hafnium im Zirkonium 157; Bestimmung von Sauerstoff oder Wasserstoff 396
Zirkonium(IV), Farbreaktion mit Chromotropsäurederivaten 274
Zirkoniumlegierungen, amperometrische Bestimmung von Zirkonium in flußsäurehaltigen Lösungen seiner Legierungen 156; Bestimmung von Niob und Tantal in Zirkoniumlegierungen 434
Zirkoniumoxyd, Abtrennung und Bestimmung in Gläsern und feuerfesten Erzeugnissen 447
Zirkonmineralien, röntgenspektrographische Bestimmung von Hafnium 447
Zolonrot, Reagens auf Silber und Kupfer(I) 148
Zucker, Weiterentwicklung der Weißzucker-Colorimetrie 377; Bestimmung der Korngröße von granuliertem Zucker mit standardisierten Sieben 376; ringchromatographische Bestimmung reduzierender Zucker 320; papierchromatographische Untersuchung von Weinverbesserungszuckern 375; siehe auch Desoxyzucker
Zuckergemische, Trennung durch Hochspannungselektrophorese 125